

Sveučilište u Zagrebu
Fakultet strojarstva i brodogradnje

DIPLOMSKI RAD

Luka Radonić

Zagreb, 2016.

Sveučilište u Zagrebu
Fakultet strojarstva i brodogradnje

DIPLOMSKI RAD

Mentor:
Prof.dr.sc. Zdravko Schauperl

Zagreb, 2016

Student:
Luka Radonić
Matični broj: 003518681



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



Središnje povjerenstvo za završne i diplomske ispite
Povjerenstvo za diplomske ispite studija strojarstva za smjerove:
proizvodno inženjerstvo, računalno inženjerstvo, industrijsko inženjerstvo i menadžment, inženjerstvo
materijala i mehatronika i robotika

Sveučilište u Zagrebu	
Fakultet strojarstva i brodogradnje	
Datum	01-12-2016 Prilog
Klasa:	602-04/16-6/3
Ur.broj:	15-1703-16-453

DIPLOMSKI ZADATAK

Student:

Luka Radonić

Mat. br.: 0035186811

Naslov rada na
hrvatskom jeziku:

Konsolidacija aluminijskog praha

Naslov rada na
engleskom jeziku:

Consolidation of Al-powder

Opis zadatka:

Metalurgija praha ima sve veći značaj u strojarskoj proizvodnji. BP-ECAC (Back Pressure Equal Channel Angular Consolidation) je jedan od postupaka konsolidacije prahova kojeg je moguće koristiti za konsolidaciju različitih vrsta metalnih prahova ali isto tako i za izradu metalnih kompozita.

U radu je potrebno dati pregled stanja i dosadašnjih istraživanja na području konsolidacije metalnih prahova pomoću BP-ECAC postupka. U eksperimentalnom dijelu rada potrebno je definirati korake i tehnološke parametre za konsolidaciju aluminijskog praha te na dostupnom alatu izraditi uzorke materijala. Izrađene uzorke potrebno je laboratorijski analizirati te ispitati i kvantificirati strukturne parametre.

Na temelju dobivenih rezultata potrebno je donijeti zaključke o mogućnosti konsolidacije aluminijskih prahova pomoću BP-ECAC postupka te o utjecaju korištenih parametara na mikrostrukturu dobivenih uzoraka.

Zadatak zadan:

29. rujna 2016.

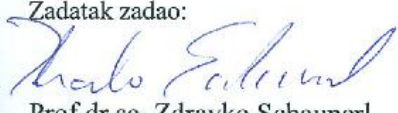
Rok predaje rada:

1. prosinca 2016.

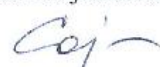
Predvideni datum obrane:

7., 8. i 9. prosinca 2016.

Zadatak zadao:


Prof. dr. sc. Zdravko Schauerl

Predsjednik Povjerenstva:


Prof. dr. sc. Franjo Cajner

Izjavljujem da sam ovaj rad izradio samostalno koristeći stečena znanja tijekom studija i navedenu literaturu.

Zahvaljujem se dr.sc. Mateji Šnajdar Musa, mag.ing. na vodstvu i stručnoj pomoći prilikom pisanja rada. Također se zahvaljujem laboratoriju za obradu deformiranjem Fakulteta strojarstva i brodogradnje u Zagrebu i Mateju Šavori na ustupljenom prostoru, opremi, vremenu i radu.

Luka Radonić

SADRŽAJ

SADRŽAJ	I
POPIS SLIKA	II
POPIS TABLICA.....	IV
POPIS TEHNIČKE DOKUMENTACIJE	V
POPIS KRATICA	VI
POPIS OZNAKA	VII
POPIS KORIŠTENIH MJERNIH JEDINICA.....	VIII
SAŽETAK.....	IX
SUMMARY	X
1. UVOD	1
1.1. Proizvodnja metalnih prahova.....	4
1.2. Svojstva materijala dobivenih metalurgijom praha.....	7
1.3. Kompaktiranje i konsolidacija prahova.....	11
2. ECAP	14
2.1. Svojstva materijala dobivena ECAP postupkom	17
2.1.1. Struktura	17
2.1.2. Mehanička svojstva	19
3. KONSOLIDIRANJE ALUMINIJSKIH PRAHOVA METODAMA INTENZIVNE PLASTIČNE DEFORMACIJE.....	22
4. EKSPERIMENTALNI DIO	33
4.1. Prah.....	33
4.2. Kompaktiranje uzoraka	37
4.3. Provođenje BP-ECAP postupka za konsolidaciju aluminija.....	43
4.3.1. analiza mikrostrukture uzoraka konsolidiranih BP-ECAP postupkom	50
5. ZAKLJUČAK	56
LITERATURA.....	57
PRILOZI.....	60

POPIS SLIKA

Slika 1.1. Shematski prikaz faza izrade dijelova konvencionalnim postupcima metalurgije praha [2]	2
Slika 1.2. Oblici čestica praha i postupci kojima se dobivaju [2]	7
Slika 1.3. Promjena gustoće tijekom konsolidacije: (1) početna gustoća praha, (2) porast gustoće praha uslijed pakiranja čestica praha, (3) gustoća nakon konsolidacije kao rezultat pakiranja i deformacije čestica praha [10]	11
Slika 1.4. Različite procedure konsolidacije metalnih prahova ekstrudiranjem [21, 1].....	13
Slika 2.1. Prikaz ECAP postupka [22]	14
Slika 2.2. Osnovni načini zakretanja uzoraka između provlačenja [24]	15
Slika 2.3. ECAP postupak sa protupritiskom	16
Slika 2.4. Promjena veličine zrna u Al-7034 leguri uslijed provođenja ECAP postupka: (a) Polazno stanje; (b) stanje nakon 1 prolaza; (c) stanje nakon 3 prolaza; (d) stanje nakon 5 prolaza [25]	18
Slika 2.5. Raspodjela veličina zrna u čistom aluminiju; a) prije i b) poslije provođenja ECAP postupka [27].....	19
Slika 2.6. Ovisnost tvrdoće aluminija o proju prolazaka kroz alat za ECAP [28]	20
Slika 2.8. Utjecaj broja prolaza kroz alat za ECAP na dijagram naprezanje-istezanje čistog aluminija [28]	21
Slika 3.1. Konsolidacija praha torzijskom metodom intenzivne plastične deformacije	23
Slika 3.2. Čestice aluminijskog praha atomizirane u dušiku [32]	25
Slika 3.3 Mikrostruktura aluminijskog praha konsolidiranog BP-ECAP postupkom na 100°C[32]	26
Slika 3.4. Struktura aluminijskog odljevka provučenog kroz ECAP kalup s povratnim pritiskom pri 100°C [32]	27
Slika 3.5. FE-ECAP postupak [33]	29
Slika 3.6. σ - ϵ dijagram za uzorak od ekstrudiranog ingota, FE-uzorak i FE-ECAP uzorak [33]	30
Slika 3.7. Mikrostruktura aluminijadobivena FE-ECAP postupkom konsolidacije u poprečnom (a) i uzdužnom (b) presjeku [33]	32
Slika 4.1. Prah slikan skenirajućim elektronskim mikroskopom, povećanje 100x	34
Slika 4.2. Čestice praha slikane skenirajućim elektronskim mikroskopom, povećanje 500 puta	35
Slika 4.3. Čestice praha slikane skenirajućim elektronskim mikroskopom uz povećanje od 1500 puta	36

Slika 4.4. Rezultati EDS analiza čestice praha.....	37
Slika 4.5. Aluminijski prah zamotan u foliju pomoću drvenog kalupa.....	38
Slika 4.6. Hladno izostatski prešani uzorak: (a) u elastomernoj vrećici spreman za hladno izostatsko prešanje; (b) prah zamotan u aluminijsku foliju; (c) Hladno izostatski prešani uzorak	39
Slika 4.7. Kompaktirani uzorak slikan skenirajućim elektronskim mikroskopom, povećanje 100 puta	40
Slika 4.8. Hladno izostatski prešani uzorak slikan SEM elektronskim mikroskopom povećanje, 500 puta.....	41
Slika 4.9. Zrno praha u kompaktiranom uzorku slikano skenirajućim elektronskim mikroskopom, povećanje 1500 puta.....	42
Slika 4.10. Mikrostruktura kompaktiranog uzorka pod svjetlosnim mikroskopom i povećanjem od 200 puta.....	43
Slika 4.11. Postava za BP-ECAP postupak.....	44
Slika 4.12. Kalup za ECAP	45
Slika 4.13. Brušeni hladno izostatski prešani uzorci.....	46
Slika 4.14. Uzorak pokraj ulaza u kalup za ECAP.....	46
Slika 4.15. Skica popunjenog kalupa za konsolidiranje aluminija BP-ECAP postupkom	47
Slika 4.16. Otvaranje ECAP kalupa	48
Slika 4.17. Oštećenje ECAP-kalupa.....	49
Slika 4.18. Uzorci provučeni kroz ECAP kalup BP-ECAP postupkom	49
Slika 4.19. Uliveni uzorci u poliranom stanju; lijevi uzorak je u uzdužnom presjeku, a desni u poprečnom.....	50
Slika 4.20. Uzorak konsolidiran BP-ECAP postupkom pod svjetlosnim mikroskopom s povećanjem od 200 puta u poprečnom presjeku	51
Slika 4.21. Uzorak konsolidiran BP-ECAP postupkom pod svjetlosnim mikroskopom s povećanjem od 200 puta u poprečnom presjeku	52
Slika 4.22. Uzorak konsolidiran BP-ECAP postupkom pod svjetlosnim mikroskopom s povećanjem od 200 puta u uzdužnom presjeku.....	53
Slika 4.23. Uzdužni presjek uzorka uz povećanje od 157 puta slikan skenirajućim elektronskim mikroskopom.....	54
Slika 4.24. Geometrija otiska nakon indentacije	55

POPIS TABLICA

Tablica 2.1. Načini zakretanja uzorka između prolazaka kroz kalup [25]	15
Tablica 3.1. Usporedba svojstava aluminijskog ingota prije i nakon prolaska kroz BP-ECAP alat, te BP-ECAP postupkom konsolidiranog aluminijskog praha [32]	28
Tablica 3.2. Svojstva uzorka od ekstrudiranog aluminijskog ingota, FE-uzorka i FE-ECAP uzorka [33]	31

POPIS TEHNIČKE DOKUMENTACIJE

1551221-MM-001-2 CIP- alat kpl. skica

POPIS KRATICA

SSA – eng. „*specific surface area*“; specifična površina čestica

ECAP – eng. „*equal channel angular pressing*“; postupak protiskivanja uzorka kroz kanal konstantnog presjeka sa naglom promjenom smijera

FCC – eng. „*face centered cubic*“; plošno centrirana kubična kristalna rešetka

Al₂O₃ – alumij-oksidsna keramika

Al – aluminij

Si – silicij

Fe – željezo

FE-ECAP – eng. „*forward extrusion-equal channel angular pressing*“; vrsta ECAP postupka

BP-ECAP – eng. „*backpressure-equal channel angular pressing*“; vrsta ECAP postupka sa povratnim pritiskom

SEM – eng. „*scanning electron microscope*“; skenirajući elektronski mikroskop

EDS – eng. „*energy-dispersive X-ray spectroscopy*“; mikroskop koji pomoću X-zraka otpuštanih prilikom izbijanja elektrona iz vanjske ljuske određuje sastav uzorka

POPIS OZNAKA

Oznaka	Jedinica	Opis
ε	mm/mm, %	istezanje
σ	N/mm ² , MPa, GPa	naprezanje
F	N	sila
R _{p0,2}	N/mm ² , MPa	konvencionalna granica razvlačenja

POPIS KORIŠTENIH MJERNIH JEDINICA

cm^2/g – centimetar kvadratni po gramu; jedinica za specifičnu površinu čestica

g/cm^3 – gram po centimetru kubnom; jedinica gustoće

g – gram; jedinica mase

kPa – kilopaskal; jedinica pritiska

MPa – megapaskal; jedinica pritiska

mm – milimetar; jedinica duljine

mm/mm – milimetar po milimetru; jedinica deformacije

° – stupanj; jedinica kuta

μm – mikrometar; jedinica duljine

GPa – gigapaskal; jedinica pritiska

nm – nanometar; jedinica duljine

% – postotak; jedinica udjela, deformacije i odnosa veličina

mm/min; milimetar po minuti; jedinica brzine

HV – vikers; jedinica tvrdoće

HV0,2 – vikers; jedinica tvrdoće sa naznačenim opterećenjem od 0,2·9,81 N

N – njutn; jedinica za silu

SAŽETAK

Primjena metoda intenzivne plastične deformacije u metalurgiji praha može omogućiti proizvodnju cjelovitih djelova iz praha kao početne sirovine pri nižim temperaturama od konvencionalnih metoda. Niže temperature procesa omogućavaju smanjenje energije utrošene u procesu. Osim uštede energije, postupcima intenzivne plastične deformacije se dobivaju i bolja neka mehanička svojstva kao što su čvrstoća, tvrdoća i granica razvlačenja uz nešto nižu istezljivost u odnosu na lijevane uzorke. Još jedna od pozitivnih posljedica ovih postupaka jest i sitnozrnata mikrostruktura. U ovom radu je analiziran BP-ECAP postupak konsolidacije čistog aluminijskog praha. Hladno izostatički kompaktirani uzorci su provučeni kroz ECAP kalup kvadratnog presjeka kanala 12 mm x 12 mm koji se sječu pod pravim kutom. Kompaktirani uzorci su imali tvrdoću od 37 HV_{0,2} i gustoću od 2,394 g/cm³ što je 89% teorijske gustoće aluminija, te prosječnu veličinu zrna od 90 μm. Uzorci su protiskivani brzinom klipa glavne preše od 8 mm/min na 100°C. Klip povratne preše se opirao gibanju sa 87 MPa preko površine od 144 mm². Radi loših tolerancija alata, pojavilo se veliko trenje između umetka ispred klipa povratne preše i alata što je doprinijelo povećanju povratnog pritiska i pucanju alata. Nakon BP-ECAP konsolidacije, uzorak je imao usmjerenu mikrostrukturu u uzdužnom presjeku, te neusmjerenu u poprečnom presjeku. U uzdužno presjeku je prosječna duljina zrna od 175 μm, a širina 54 μm što daje omjer duljine i širine od 3,2:1. Prosječna veličina zrna u poprečnom presjeku je 79 μm. Gustoća nakon BP-ECAP konsolidacije iznosi 2,517 g/cm³ što je 93,2% teorijske gustoće aluminija, a tvrdoća 49 HV_{0,2}.

Ključne riječi: metalurgija praha, aluminij, prah, konsolidacija, ECAP, BP-ECAP, povratni pritisak, gustoća, teorijska gustoća, kompaktiranje, intenzivna plastična deformacija, usmjerenost mikrostrukture

SUMMARY

Application of severe plastic deformation methods in powder metallurgy can make the production of bulk materials from powder possible on lower temperatures than conventional methods. Having lower process temperature means less energy consumption for the process. Except for the lower energy consumption, using severe plastic deformation methods can increase some of mechanical properties like strength, hardness and yield strength while elongation decreases in relation to casted ingots. Another advantage of this processes is fine grain microstructure. Consolidation of pure aluminium powder using BP-ECAP process is considered in this article. Cold isostatic compacted samples are pushed through the ECAP tool with two square cross section 12 mm x 12 mm x 12 mm channels that intersect in 90° angle. Compacted samples had hardness of 37 HV_{0,2} and density of 2,394 g/cm³ which makes 89 % of theoretical density of aluminium with average grain size of 90 µm. Samples were pushed with main plunger speed of 8 mm/min at 100°C. Backpressure plunger was opposing to motion with 87 MPa over 144 mm² area. Because of the poor tool tolerances, there were a lot of friction between the mold and the insert that goes in front of the backpressure plunger which contributed to the increased backpressure and the tool failure. After BP-ECAP consolidation, samples microstructure was directed in longitudinal section and non directed in cross section. In longitudinal section, average grain length was 175 µm and average grain width was 54 µm which makes 3,2:1 length to width ratio. Average grain size in cross section was 79 µm. After BP-ECAP consolidation, sample had a density of 2,517 g/cm³ which is 93,2% of theoretical aluminium density and hardness of 49 HV_{0,2}.

Key words: powder metallurgy, aluminium, powder, consolidation, ECAP, BP-ECAP, backpressure, density, theoretical density, compaction, severe plastic deformation, directed microstructure

1. UVOD

Pojam “metalurgija praha” obuhvaća niz postupaka dobivanja proizvoda ili poluproizvoda od metala ili tvrdog metala iz praha kao početne sirovine. Osnovni koraci metalurgije praha su:

1.) Proizvodnja praha.

Prahovi se proizvode mehaničkim metodama, atomizacijom, kemijskim metodama i elektrolizom.

2.) Miješanje praha

Prah može biti elementaran, legiran, te se može miješati više različitih prahova kako bi se dobili kompozitni materijali u kojima npr. jedan materijal daje duktilnu i žilavu osnovu dok drugi doprinosi tvrdoći, otpornosti na trošenje i čvrstoći konačnog proizvoda.

3.) Kompaktiranje

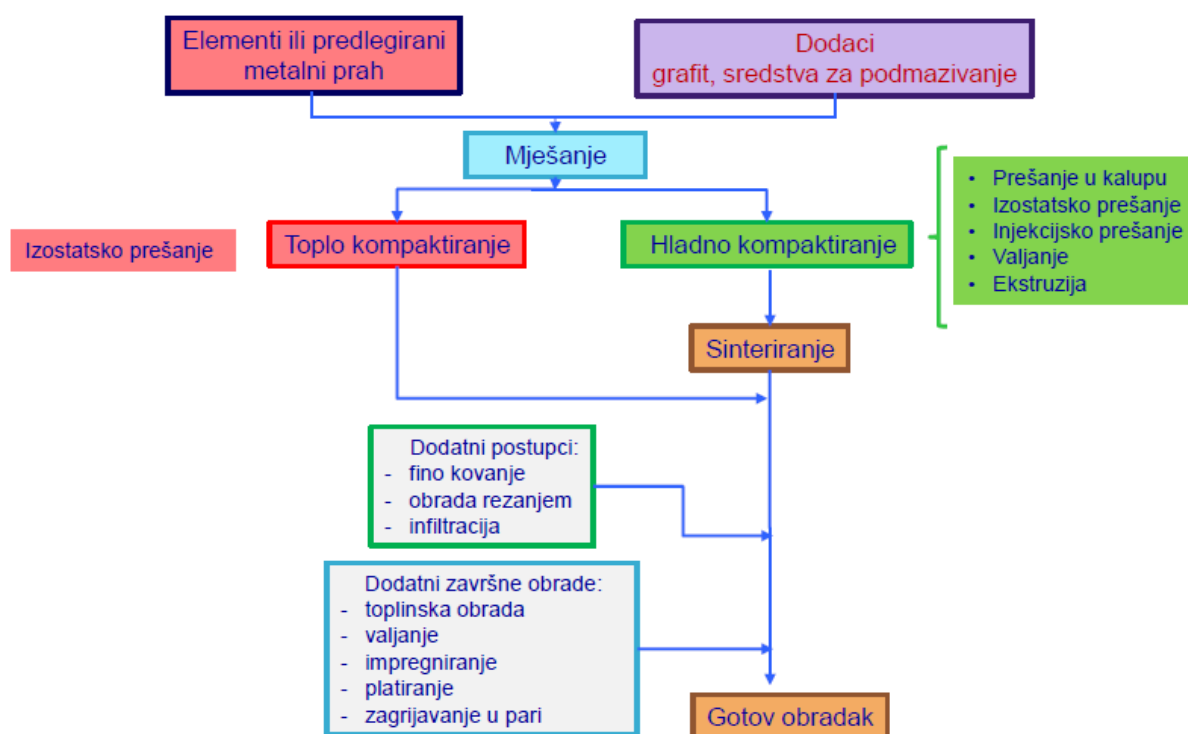
Može biti toplo i hladno. Može se provoditi u krutim kalupima sa žigovima i u elastičnim kalupima izostatskim prešanjem. Djelovanjem tlaka, a u slučaju toplog kompaktiranja i temperature se dobiva se porozni kompaktni komad koji se relativno lako obrađuje na željeni oblik.

4.) Sinteriranje

U procesu sinteriranja čestice praha potpuno srašćuju. Srašćivanje čestica praha se može pospješiti zagrijavanjem i visokim tlakom. U ovom koraku se obradak približava teoretskoj gustoći, tj. gustoći samog materijala bez pora. U nekim postupcima sinteriranja se postiže i 100% teoretske gustoće.

5.) Eventualna sekundarna obrada u vidu hladnog ili vrućeg prešanja ili ekstrudiranja kojom je moguće dodatno modifikirati strukturu i svojstva materijala [1].

Slika 1.1. prikazuje shematski dijagram proizvodnje dijelova metalurgijom praha.



Slika 1.1. Shematski prikaz faza izrade dijelova konvencionalnim postupcima metalurgije praha [2]

Neke od prednosti metalurgije praha su:

1. Proizvodnja na približno konačni oblik što umanjuje ili u potpunosti eliminira završnu obradu i omogućuje 100%-tno iskorištenje materijala
2. Metalurgijom praha se mogu proizvesti dijelovi od metala s visokim talištem uz manje troškova i popratnih poteškoća u odnosu na konvencionalne metode izrade dijelova
3. Postižu se uske tolerancije što također umanjuje ili eliminira završnu obradu
4. Mogućnost postizanja visoke produktivnosti uz nisku cijenu po komadu
5. Mogućnost dobivanja kompleksnih oblika s ujednačenom mikrostrukturom
6. Širok spektar mogućnosti legiranja i proizvodnje kompozita ojačanih česticama:
 - a. mogućnost miješanja materijala koji nisu pokazali kompatibilnost pri miješanju konvencionalnim postupcima
 - b. korištenje znatno većih udjela ojačala u kompozitu u odnosu na udjele ojačala u kompozitima dobivenim iz tekućeg stanja
7. Mogućnost kontrole željenih svojstava kao što su tvrdoća, čvrstoća, gustoća i porozitet
8. Mogućnost izrade dijelova infiltracijom i impregnacijom različitih materijala kako bi sepostigla željena svojstva za određenu primjenu
9. Mogućnost izrade bimetalnih dijelova, poroznih ležajeva i sinteriranih karbida
10. Težnja minimalnom vremenu realizacije proizvoda od ideje do izlaska proizvoda na tržište
11. Mogućnost preciznog dizajniranja fizikalnih i mehaničkih svojstava preko parametara proizvodnje i polaznih parametara
12. Mogućnosti dodatne modifikacije svojstava nekim od postupaka toplinsko-mehaničke obrade

13. Smanjenje troškova proizvodnje [1, 3]

Nedostatci metalurgije praha su:

1. Visoka cijena dobivanja finog praha
2. Ograničenost oblika
3. Potencijalno nezdrava i kontaminirana radna atmosfera
4. Visoka cijena alata metalurgiju praha čini neprimjenjivom za manje serije
5. Metalurgijom praha se teško proizvode veliki dijelovi kompleksnog oblika
6. Niža duktilnost i čvrstoća dijelova
7. Visoka cijena praha
8. Neistraženost mogućih postupaka konsolidacije i njihovih utjecaja na svojstva obradka
9. Prahovi aluminijska, titana, magnezij i cirkona predstavljaju potencijalnu opasnost od požara i eksplozije
10. Metalurgija praha nije prikladna za prahove metala s niskim talištem kao što su cink, kadmij i kositar [3,1]

U metalurgiji praha se teži postizanju potpune (teoretske gustoće) proizvoda bez poroznosti u materijalu. Ukoliko je gustoća konsolidiranog materijala s volumenom pora uključenim u volumen cijelog komada 10% manja od gustoće odljevka istog materijala bez pora, tada je riječ o postizanju 90% teorijske gustoće.

1.1. Proizvodnja metalnih prahova

Prema sastavu, metalni prahovi mogu biti od čistog metala, predlegirani i djelomično legirani. Prahovi su također klasificirani i prema geometrijskim značajkama: veličini i raspodjeli čestica, obliku čestica i unutarnjoj strukturi čestica, te prema površini. Čestice se

prema obliku dijele na: igličaste, nepravilne izdužene, pahuljaste, dendritične, sferne, nepravilne, zaobljene, porozne i uglate (slika 1.2.) [2]. Sferni oblik čestica vrlo je pogodan pri daljnjim postupcima poput vrućeg izostatskog ekstrudiranja jer povoljno djeluje na gusto pakiranje materijala [1]. Načini dobivanja praha su:

1.) Mehaničke metode:

- Sjeckanje
- Abrazija
- Strojna obrada
- Mljevenje
- Proizvodnja praha pomoću hladnog mlaza.

2.) Atomizacija:

- Atomizacija plinom
- Atomizacija vodom
- Atomizacija rotirajućom potrošnom elektrodom
- Centrifugalna atomizacija.

3.) Kemijski postupci:

- Dekompozicijski postupci
- Precipitacijske postupci

4.) Elektroliza [2]

Sjeckanje se provodi na nitima čelične žice promjera do 0,8 mm koja se siječe na sitne komadiće. Ova tehnika je skupa za dobivanje praha, te se više koristi za proizvodnju punjenja za postupke čišćenja mlazom čestica. Također je otežana kontrola čistoće praha [2].

Međusobni **kontakt** dvaju materijala je abrazivna metoda dobivanja u kojoj tvrdi materijal od dvaju materijala u dodiru odvaja čestice mekšeg materijala. Problem ove metode je kontaminacija praha.

Turpijanje je također abrazivna metoda za dobivanje praha. Turpijanjem se dobiva grubi prah koji se primjenjuje u dentalnoj medicini. Pomoću turpije sa finim zubima se može dobiti i fini prah, no to nije komercijalno isplativo.

Treća abrazivna metoda dobivanja praha je **struganje** tvrdog žiga o mekani materijal. Ova se metoda u širokoj mjeri koristi za pripremu grubog magnezijskog praha. Prednost struganja je to što se iskorištava otpad iz postupaka strojne obrade metala. Nedostaci struganja su kontaminacija praha drugim metalima, uljem i oksidacijom [2].

Mljevenje je metoda u kojoj se prah proizvodi unošenjem udarnih i smičnih naprezanja u materijal što za posljedicu ima odvajanje čestice praha. Mljevenje je posebno pogodno za krhke materijale, te se dijeli na **mljevenje kuglicama** i **mljevenje trenjem** [2].

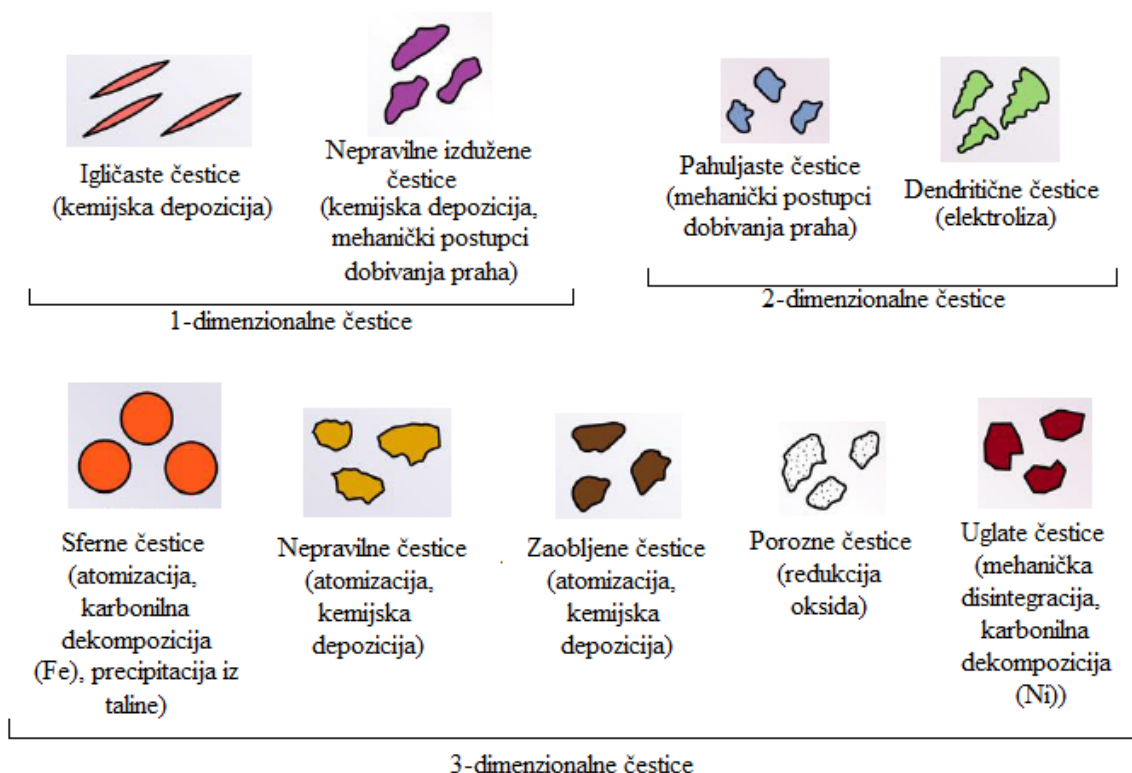
Atomizacija je postupak dobivanja praha iz taline. Tijekom postupka **plinske atomizacije** rastaljeni metal se raspršuje (atomizira) pod djelovanjem struje inertnog plina, najčešće dušika i argona. Na izlasku iz mlaznice dolazi do vrtloženja koje talinu razbija u vrlo sitne kapljice koje se brzo hlade zahvaljujući velikom omjeru površine i volumena te na dno spremnika padaju kao čestice praha. Čestice praha dobivene plinskom atomizacijom su najčešće sfernog oblika i iznimno visoke čistoće. Veličina čestica je ograničena promjerom sapnice. Duže vrijeme skrućivanja omogućuje površinskoj napetosti duže vrijeme djelovanja na oblik kapljice. Što je duže vrijeme skrućivanja, kapljica ima pravilniji sferni oblik [1].

Vodena atomizacija se provodi tako da se tanki mlaz metala raspršuje vrlo brzim mlazom atomizirane vode, te se formiraju kapljice metala koje se skrutnjavaju prije pada na dno spremnika. Često se prah naknadno suši. Budući da voda ima znatno veći specifični toplinski kapacitet od plina, vodenom atomizacijom se postiže najbrže hlađenje kapljica. Od svih postupaka atomizacije, vodenom atomizacijom se dobivanju najmanje čestice praha najhomogenije mikrostrukture. Prah se često žari nakon sušenja kako bi se reducirao sadržaj ugljika i oksida sa površine praha.

Postoje tri vrste **centrifugalne** atomizacije. U prvoj rastaljeni metal pada na rotirajući disk. U drugoj metodi se kapljica odvaja sa rotirajuće potrošne elektrode. U trećoj metodi se rotira posuda zagrijana iznad temperature tališta materijala od kojeg se proizvodi prah, te joj se u središte vrtnje dovodi rastaljeni materijal koji se zbog centrifugalne sile raspoređuje u tankom sloju po stjenkama posude i pri njenom obodu raspada u sitne kapljice [1,2].

Kemijski postupci proizvodnje metalnih prahova se dijele na dekompozicijske, precipitacijske postupke, te redukciju oksida. Najzastupljeniji postupak kemijske proizvodnje praha je postupak karbonilne dekompozicije kojim se proizvode prahovi nikla i željeza sitne granulacije. Sirovi materijal reagira s CO pod djelovanjem tlaka prilikom čega se formira

plinoviti karbonil. Snižavanjem tlaka i porastom temperature se karbonil taloži. Slika 1.2. prikazuje razne oblike čestica i postupke kojima se dobivaju.



Slika 1.2. Oblici čestica praha i postupci kojima se dobivaju [2]

1.2. Svojstva materijala dobivenih metalurgijom praha

Osim svojstava samog materijala od kojega je prah napravljen, svojstva praha, a time i gotovog konsolidiranog proizvoda ovise i o postupku proizvodnje. Karakteristike praha koje u najvećoj mjeri utječu na svojstva konsolidiranog materijala su:

- Oblik i građa čestica
- Specifična površina čestica
- Dimenzije čestica
- Kemijski sastav
- Tehnološka svojstva [4]

Oblik i građa čestica imaju velik utjecaj na svojstva konsolidiranog materijala i na tehnologiju proizvodnje gotovog proizvoda. Sferne čestice se bolje pakiraju u odnosu na nepravilne čestice što rezultira manjom poroznošću kompaktiranog dijela, manjom razlikom u volumenu između kompaktiranog i sinteriranog stanja, te gotovi proizvod približava potpunoj (teorijskoj) gustoći. Oblik čestica praha ponajviše ovisi o tehnologiji proizvodnje praha (slika 1.1.). Građa čestica se odnosi na nesavršenosti čestica i unutarnji porozitet [5, 1].

Specifična površina čestica (eng. *specific surface area, SSA*) je definirana kao omjer površine i mase čestica praha, te se izražava u kvadratnim centimetrima po gramu (cm^2/g). Utjecaj specifične površine čestica je najizraženiji tijekom postupka kompaktiranja i sinteriranja kada se sve interakcije između čestica praha (kemijski i mehanički procesi spajanja praha) odvijaju preko površine. Ako se razmatraju čestice jednake veličine, tada oblik i hrapavost čestice imaju najveći utjecaj na specifičnu površinu čestica praha. Idealno sferne čestice imaju najmanju specifičnu površinu za volumen što pozitivno utječe na tečenje materijala. Najveću specifičnu površinu imaju dendritične čestice praha. Hrapavost čestica povećava trenje između čestica što negativno utječe na tečenje materijala. Mjerenje specifične površine čestica praha je dugotrajan postupak pa se rijetko provodi u praksi [6, 1].

Kemijski sastav je bitan parametar pri interakciji različitih prahova i doprinosi svojstvima materijala te diktira parametre i postupke proizvodnje. Osnovne vrste prahova su:

- elementarni prah – prah od elementarnog metala
- smjese – smjesaviše različitih elementarnih prahova omogućuje dobivanje legura koje se ne mogu dobiti konvencionalnim postupcima lijevanja
- predlegirani prahovi – čestice praha su prethodno legirane, npr. od nehrđajućeg čelika, legura bakra, aluminija, brzoreznih čelika [1]

Tehnološka svojstva praha direktno su vezana uz oblik i dimenzije čestica te obuhvaćaju [7, 8]:

- sposobnost tečenja
- sposobnost sabijanja
- sposobnost sinteriranja.

Svojstva tečenja praha utječu na brzinu punjenja kalupa što u praksi znači više proizvedenih komada u jedinici vremena. Tečenje također utječe na kvalitetu konsolidacije jer se u slučaju lošeg tečenja u potpunosti ne popunjavaju niti praznine u kalupu niti između čestica praha što

uzrokuje poroznost, nehomogenost i loše sraščivanje čestica praha, te može dovesti do deformacije proizvoda uslijed sinteriranja. Sukladno specifičnoj površini čestica koja je najpovoljnija kod sfernih čestica, one imaju najbrži protok zahvaljujući glatkoj površini, jednoličnom obliku i malom broju točaka dodira. Dendritične čestice (koje imaju i najveću specifičnu površinu čestica) otežano teku zbog velike hrapavosti, površine i velikog broja dodirnih točaka koje ometaju tečenje i oblikom čestice [8, 1].

Sposobnost sabijanja je vezana za mogućnost gustog pakiranja čestica praha i obuhvaća dva procesa: komprimiranje i kompaktiranje praha. Komprimiranje praha se odnosi na globalnu stlačivost praha, tj. da se prah sabije i popuni praznine između čestica praha deformacijom i međusobnim pomicanjem čestica. Kompaktiranje je sposobnost praha da zadrži oblik kalupa u koji je sabijen, tj. komprimiran i nakon vađenja iz kalupa i odvođenja na proces sinteriranja. Općenito, svojstvo sabijanja bi se moglo definirati kao minimalni pritisak potreban za proizvodnju sirovca postojanih dimenzija i oblika ili kao gustoća sirovca nakon kompaktiranja. Ključni čimbenici za uspješnost kompaktiranja (posebno u hladnom stanju) su [1]:

- Nepravilan oblik čestica.
Čestice praha se međusobno zaglavljuju oblikom, a ne samo trenjem. Prema ovom kriteriju su najbolje dendritične čestice.
- Prividna gustoća.
Prividna gustoća je omjer mase i volumena gdje su u volumen sirovca uključene i pore
- Tečenje materijala.
Ovisi o obliku, dimenzijama i prividnoj gustoći praha

Mogućnost kompaktiranja praha direktno ovisi o prividnoj gustoći [9, 7, 10]. Nižu prividnu gustoću uglavnom imaju čestice nepravilnijeg oblika jer one zbog više dodirnih točaka i oblika lakše zapinju jedna za drugu što za posljedicu ima bolju postojanost oblika kompaktiranog sirovca. Manje čestice praha osiguravaju manje praznine između čestica i veći broj dodirnih točaka između čestica praha. Veći broj dodirnih točaka znači i više mogućnosti za stvaranje hladnog zavara između čestica i samim time kompaktniji sirovac. Plastičnost čestica praha je poželjna kako bi se čestice mogle oblikovati prema prazninama između čestica što povećava dodirnu površinu i interakciju među česticama. Poželjno je i da čestice

praha budu u smičnom kontaktu kako bi se skinuli oksidi sa površine i omogućili dodir osnovnog materijala sa osnovnim materijalom,

Sposobnost sinteriranja je sposobnost ojačanja veze između čestica pod djelovanjem temperature. Pri sinteriranju se smanjuje poroznost i povišuje gustoća obratka. Ono predstavlja sposobnost ojačanja veze između čestica uslijed zagrijavanja tijekom kojeg dolazi do smanjenja poroznosti i porasta gustoće materijala.

Kod praškastih materijala postoje tri tipa gustoće [7]:

- **Stvarna ili teorijska gustoća.**

To je omjer mase materijala i neto volumena materijala nakon taljenja i skrućivanja bez pora.

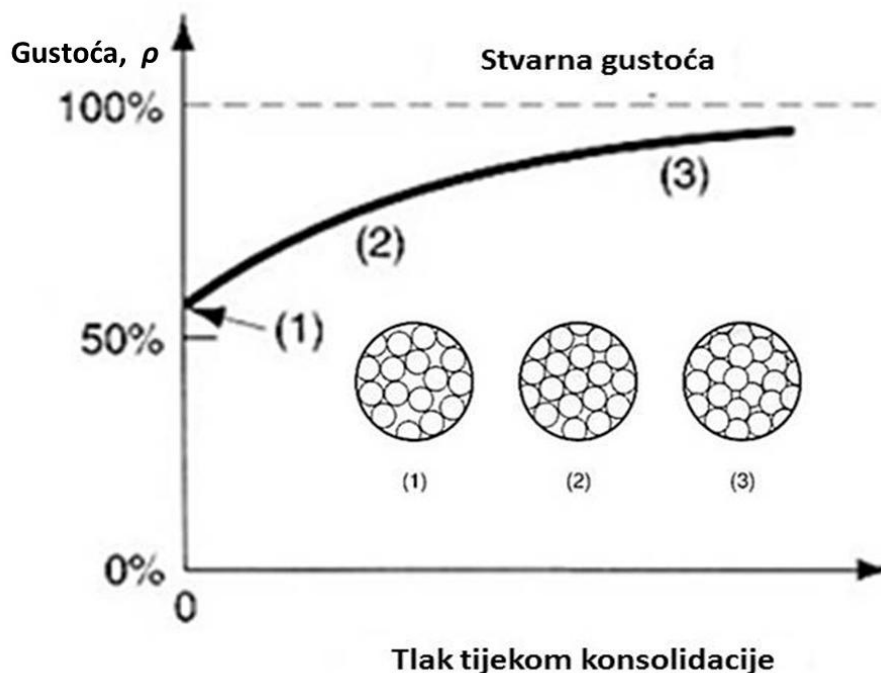
- **Prividna gustoća.**

To je omjer mase i volumena bruto nasutih čestica praha sa prazninama između čestica praha.

- **Gustoća sirovca.**

Gustoća kompaktiranog sirovca nije dovoljno visoka jer još uvijek postoje praznine između čestica praha, te je potrebno sirovac podvrgnuti termo-mehaničkoj obradi, tj. sinteriranju kako bi se vrijednost stvarne gustoće proizvoda dobivenog metalurgijom praha što više približila teorijskoj gustoći.

Gustoća pakiranja materijala prilikom postupaka kompaktiranja pri određenom pritisku u kalupu u ovisi o rasponu i raspodjeli veličina čestica jer manje čestice punjavaju praznine između većih, a veće čestice lakše teku od manjih. Slika 1.3. prikazuje tijek promjene gustoće kroz korake metalurgije praha [11, 1].



Slika 1.3. Promjena gustoće tijekom konsolidacije: (1) početna gustoća praha, (2) porast gustoće praha uslijed pakiranja čestica praha, (3) gustoća nakon konsolidacije kao rezultat pakiranja i deformacije čestica praha [10]

Poroznost je udio porau ukupnom volumenu materijala. Poroznost se može izraziti preko odnosa stvarne i teorijske gustoće. Kod prahova s manjim česticama ima više pora manjih dimenzija, dok kod prahova s većim česticama dolazi do manjeg broja ali većih pora [1].

1.3. Kompaktiranje i konsolidacija prahova

Kompaktiranje i konsolidacija se provode pri visokim tlakovima, a nerijetko i temperaturama. Alati moraju biti otporni na rad na zadanoj temperaturi, na visoke pritiske procesa, te moraju imati visoku otpornost na trošenje. Najčešći postupci kompaktiranja praha su:

- hladno izostatsko prešanje (*eng. cold isostatic pressing, CIP*)
- vruće izostatsko prešanje (*eng. hot isostatic pressing, HIP*)
- ekstrudiranje.

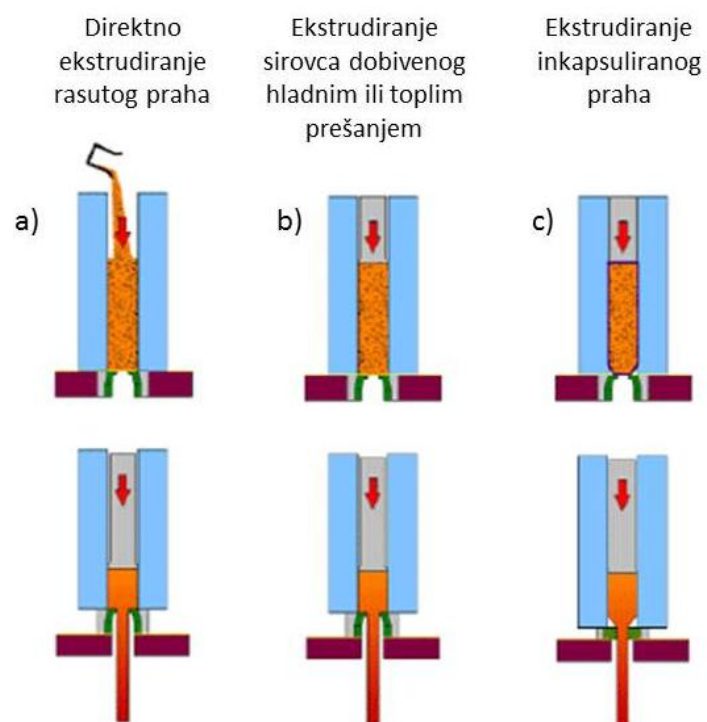
Hladno izostatsko prešanje obično se koristi za formiranje sirovca koji se naknadno sinterira ili podvrgava nekom drugom tipu termo-mehaničke obrade. Prah ili smjesa prahova se stavlja

u fleksibilni kalup koji se umeće u alat u kojem se nalazi medij za tlačenje (najčešće ulje). Proces se najčešće odvija na sobnoj temperaturi pod tlakovima od 100 MPa do 280 MPa [12]. Dobiva se sirovac relativno slabih veza između čestica praha konzistencije slične kredi bez upotrebe veziva. Dobiveni sirovac je dovoljno kompaktan za rukovanje i daljnje korake konsolidacije u kojima će se ojačati veze između čestica praha [13]. Prednost hladnog izostatičkog prešanja je da se kompaktiranje provodi u zatvorenom kalupu i ne dolazi do kontaminacije lubrikantom [14].

Vruće prešanje se najčešće primjenjuje za konsolidaciju materijala koje nije lako naknadno sinterirati zbog slabe atomske pokretljivosti na temperaturi sinteriranja, te se u istom koraku provodi i kompaktiranje i sinteriranje [15]. Vrućim prešanjem je moguće postići gotovo 100% teorijske gustoće. Kod vrućeg prešanja karakteristike prahova kao što su veličina (i raspodjela) i oblik čestica ne igraju značajnu ulogu kao kod hladnog prešanja, već su glavni parametri samog prešanja (temperatura, tlak, vrijeme i atmosfera u peći). Tlak se unosi pomoću žiga u jednom ili više smjerova [16].

Vruće izostatsko prešanje je novija varijanta vrućeg prešanja gdje je kalup sličan hladnom izostatskom prešanju. Primjena izostatskog tlaka se osigurava uniformna konsolidacija u svim smjerovima. Svojstva materijala dobivenih vrućim izostatskim prešanjem su često bolja od svojstava materijala dobivenih lijevanjem ili konvencionalnim sinteriranjem. Primjenjuju se niži tlakovi od hladnog izostatskog izostatičkog prešanja. (50..310 MPa) [17].

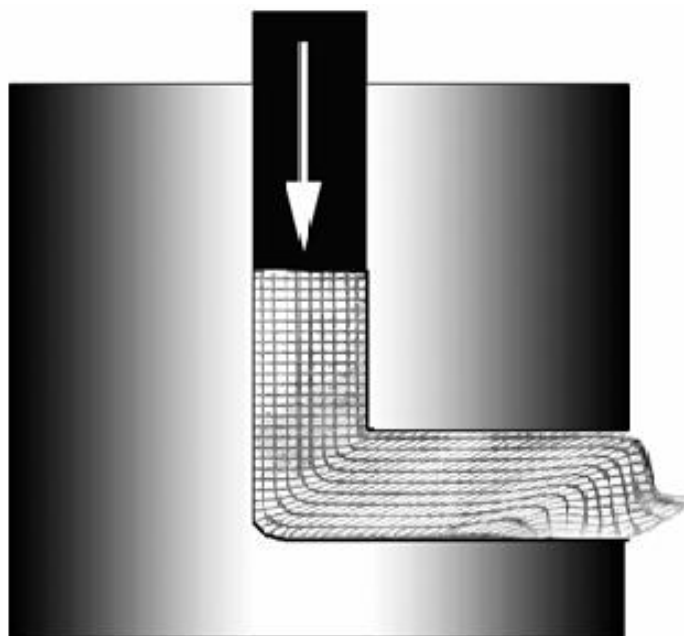
Ekstrudiranje je postupak protiskivanja praškastih materijala kroz kalup za ekstrudiranje. Ekstrudiranje se može provoditi u toplom i hladnom stanju te je u oba slučaja moguće dobiti uzorak visoke gustoće i vrlo dobrih mehaničkih svojstava [18]. Ekstrudirati se može kompaktirani sirovac i rasuti prah. Kod vrućeg ekstrudiranja je češći slučaj primjene prethodno oblikovanog sirovca. Istraživanja ekstrudiranja praškastih materijala su se u početku uglavnom bavila dobivanjem aluminija i bakra, te su dobiveni kompaktni dijelovi visoke gustoće. Svojstva dobivenih uzoraka ovise o početnim karakteristikama praha, ekstruzijskom omjeru, geometriji kalupa i ostalih parametara postupka [19, 20]. Najčešće se vruće ekstrudiraju hladno izostatski prešani uzorci sa 70 % do 80 % teorijske gustoće. Postoji i varijanta u kojoj se prah omota bakrenom ili aluminijskom košuljicom, te se onda ekstrudira [1]. Slika 1.4. prikazuje različite varijante konsolidacije metalnih prahova ekstrudiranjem.



Slika 1.4. Različite procedure konsolidacije metalnih prahova ekstrudiranjem [21, 1]

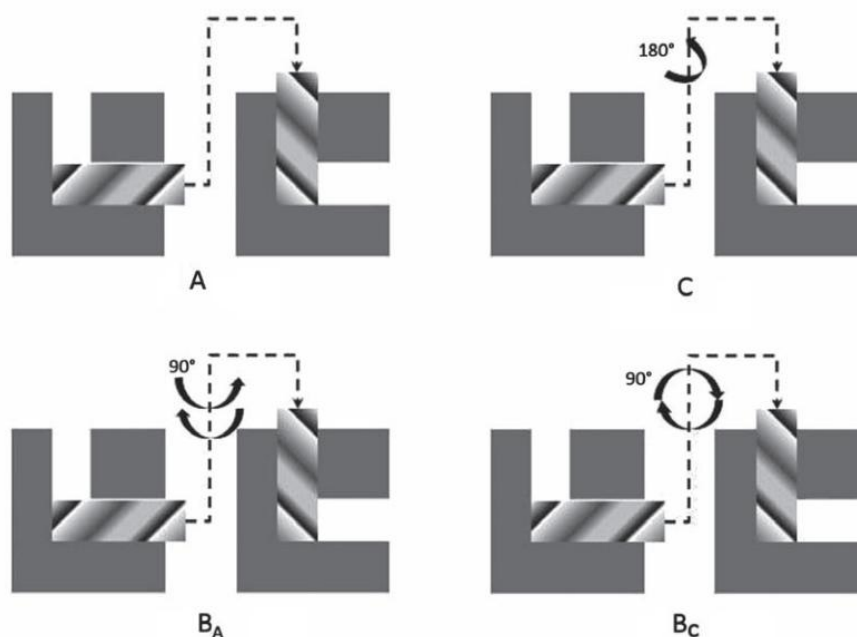
2. ECAP

ECAP (eng. „Equal channel angular pressing“) je varijanta ekstrudiranja razvijena u Sovjetskom Savezu kojom se smicanjem postiže značajna i jednolika deformacija uzorka približnih dimenzija 25 mm x 25 mm x 150 mm. ECAP postupak pripada grupi postupaka koji se baziraju na intenzivnoj plastičnoj deformaciji. Osnova postupka je alat s kanalom konstantnog presjeka s naglom promjenom smjera (90°) kroz koju se provlači uzorak (slika 2.1.).



Slika 2.1. Prikaz ECAP postupka [22]

Uzorak se postavlja u kanal, te se pomoću žiga (potpomognut mazivom) tiska kroz alat. Mogu se koristiti raznovrsni presjeci kanala alata, no najčešće se koriste pravokutni ili kružni presjek. Prilikom promjene smjera kanala, dolazi do značajne deformacije uzorka koja potiče dinamičku ili kontinuiranu rekristalizaciju zrna rotacijom. Ponavljanjem postupka se pri sobnoj temperaturi i deformacijama $\varepsilon=2,31..9,24$, tj. deformacijom od 2,31mm/mm do 9,24 mm/mm može dobiti sitnozrnata kristalna struktura s promjerom zrna od 0,2 μm do 0,4 μm [23]. Između prolaza se uzorak najčešće okreće na 4 osnovna načina prikazana na slici 2.2. koji se mogu kombinirati (tablica 2.1.)



Slika 2.2. Osnovni načini zakretanja uzorka između provlačenja [24]

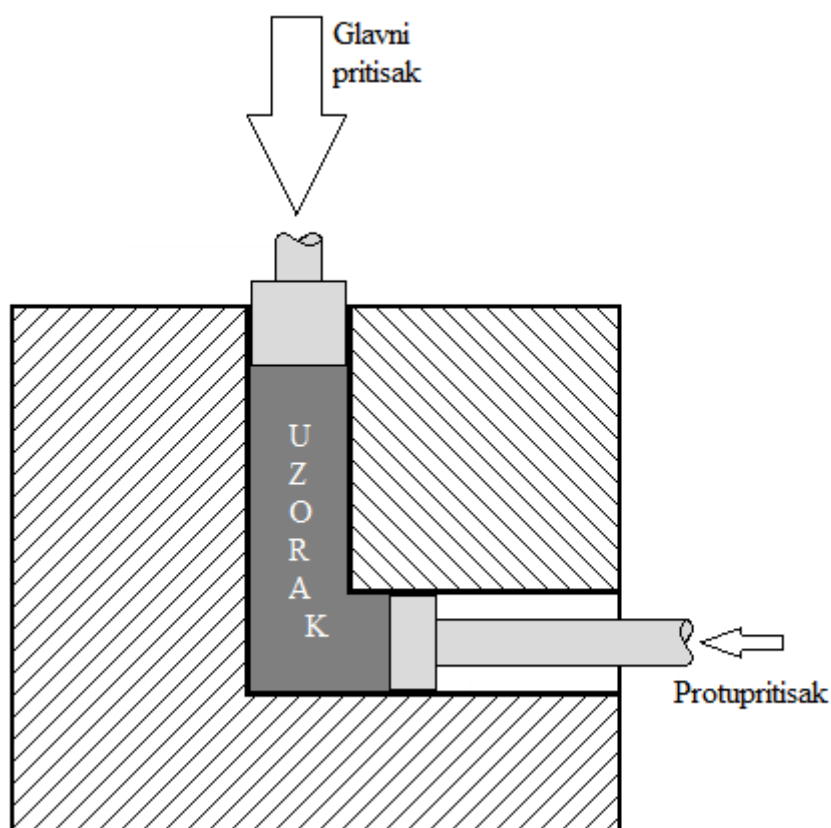
Tablica 2.1. Načini zakretanja uzorka između prolazaka kroz kalup [25]

Način zakretanja uzorka	Broj prolaska						
	2	3	4	5	6	7	8
A	0°	0°	0°	0°	0°	0°	0°
B _A	90° ↶	90° ↷	90° ↶	90° ↷	90° ↶	90° ↷	90° ↶
B _C	90° ↶	90° ↶	90° ↶	90° ↶	90° ↶	90° ↶	90° ↶
C	180°	180°	180°	180°	180°	180°	180°
B _A -A	90° ↶	0°	90° ↷	0°	90° ↶	0°	90° ↷
B _C -A	90° ↶	0°	90° ↶	0°	90° ↶	0°	90° ↶

Za slučajeve s više prolaza, provođenjem uzorka sa stalnom orijentacijom, tj. bez rotacije (način A) ili s rotacijom za 90° oko uzdužne osi između prolaza (način B), dobivaju se dvije razine strukture: trakice u smjeru smicanja (prva razina) i vrlo sitna podzrna unutar tih trakica (druga razina). Ukoliko se uzorak između prolaza rotira za 180° oko uzdužne osi, tada nakon parnih prolazaka trakice smika gotovo da iščeznu, te su unutar osnovnih zrna prisutna i podzrna. Putanja B daje najvišu čvrstoću dok putanja C daje ujednačenu (neusmjerenu) i

stabilnu mikrostrukturu. Naknadna statička rekristalizacija prosječan promjer zrna povećava na 5 μm do 10 μm [23].

Jedna od varijanti ECAP postupka je ECAPs primjenom protupritiska (eng. „*Backpressure*“, BP-ECAP). U ovoj varijanti se na izlazni kanal dodaje protupritisak (slika 2.3.) kojim se umanjuje vrtložno djelovanje unutarnje strane kuta u alatu. Na taj se način umanjuje porozitet u materijalu, te se dobivaju bolja mehanička svojstva [25].



Slika 2.3. ECAP postupak sa protupritiskom

Prednosti ECAP tehnologije su:

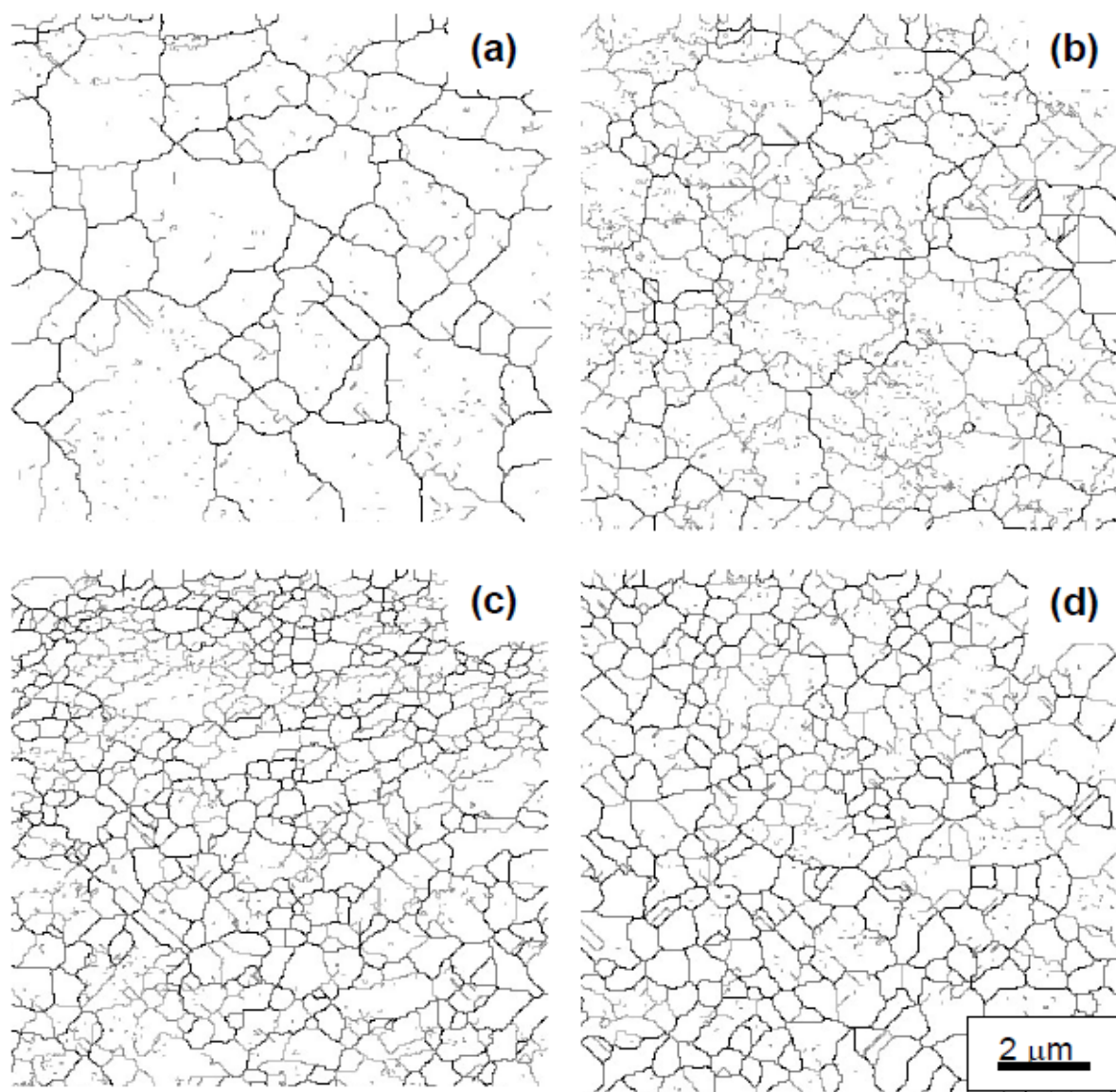
1. Uniformna mikrostruktura i mehanička svojstva materijala
2. Visoke vrijednosti unesene efektivne deformacije već nakon prvog prolaza uzorka kroz alat
3. Visoke vrijednosti ukupne deformacije nakon više prolaza kroz alat bez promjene poprečnog presjeka uzorka

4. Mogućnost formiranja posebnih struktura i tekstura prilikom obrade zahvaljujući preciznoj kontroli ravnina smicanja i mogućnosti izmjene ravnina smicanja pri obradi kroz više prolaza uzorka kroz alat
5. Zahtjeva se samo specijalni alat, a sila se može unijeti pomoću standardnih preša za obradu deformiranjem koje ne zahtijevaju vrlo velike sile pritiska [22]

2.1. Svojstva materijala dobivena ECAP postupkom

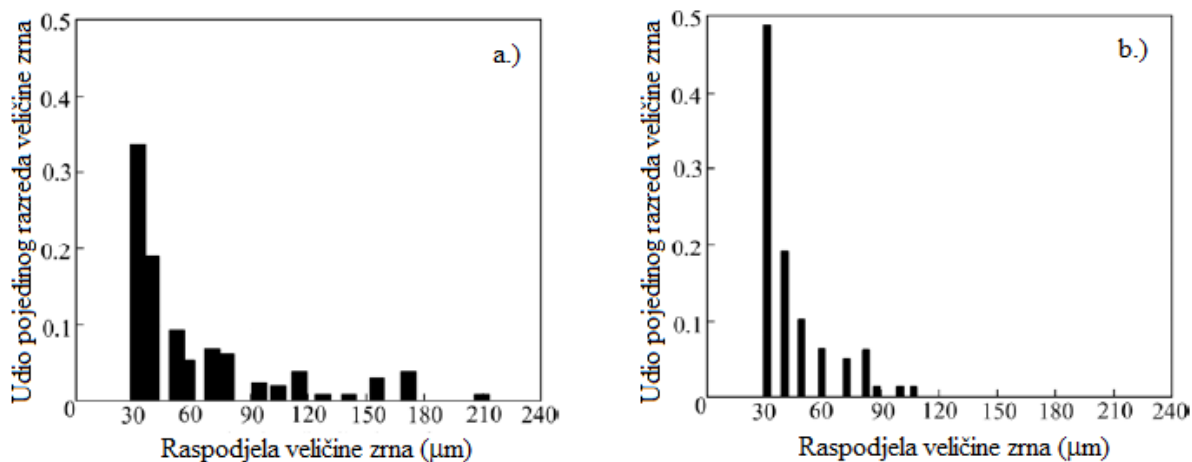
2.1.1. Struktura

Osnovne značajke ECAP postupaka su očvršnuće materijala unošenjem značajne plastične deformacije i dobivanje sitnozrnate mikrostrukture. Uslijed smičnih naprezanja pri promjeni smjera kanala alata dolazi do pravilnog usitnjenja zrna koje osigurava mehanička svojstva bolja od onih dobivenih konvencionalnim postupcima hladnog oblikovanja i lijevanja. Dovoljni visokim stupnjem deformacije promjer zrna se može spustiti čak i ispod $0,5\ \mu\text{m}$ čime se povećava ukupna dodirna površina između kristalnih zrna. Mehanička svojstva kojima najviše pogoduje usitnjenje zrna su žilavost i dinamička izdržljivost. Konačna veličina zrna materijala ovisi o samom materijalu i o parametrima obrade [26]. Slika 2.4. prikazuje veličinu zrna aluminija prije ECAP postupka, te nakon svakog od jednog, tri i pet prolaza.



Slika 2.4. Promjena veličine zrna u Al-7034 leguri uslijed provođenja ECAP postupka: (a) Polazno stanja; (b) stanje nakon 1 prolaza; (c) stanje nakon 3 prolaza; (d) stanje nakon 5 prolaza [25]

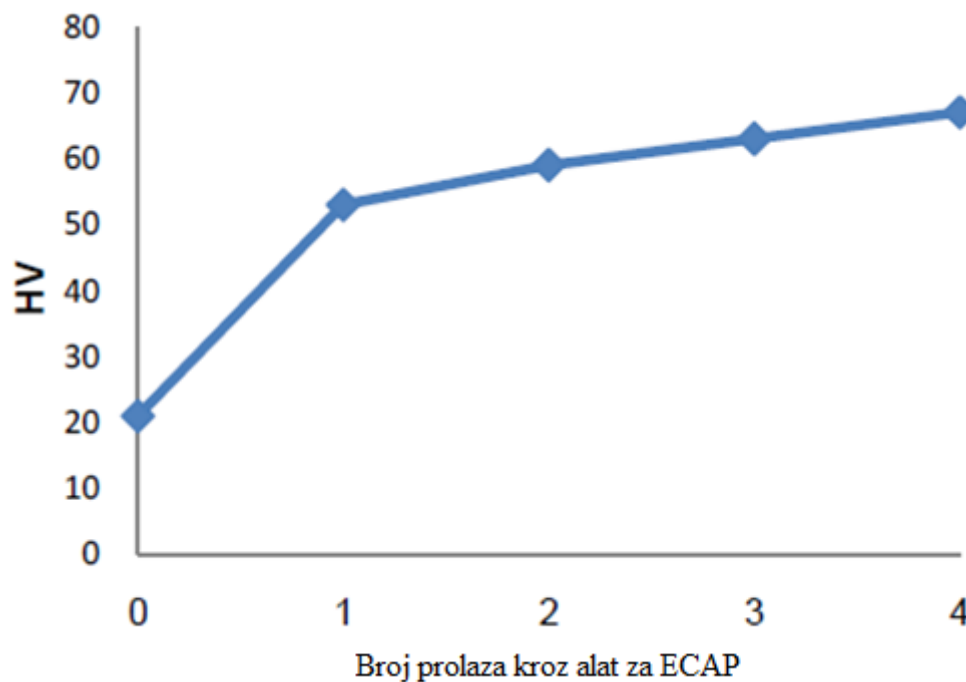
Slika 2.5. Prikazuje histogram raspodjele veličine zrna u tehnički čistom aluminiju prije i poslije provođenja ECAP postupka. Nakon provođenja ECAP postupka, zrna su sitnija i uniformnije veličine.



Slika 2.5. Raspodjela veličina zrna u čistom aluminiju; a) prije i b) poslije provođenja ECAP postupka [27]

2.1.2. Mehanička svojstva

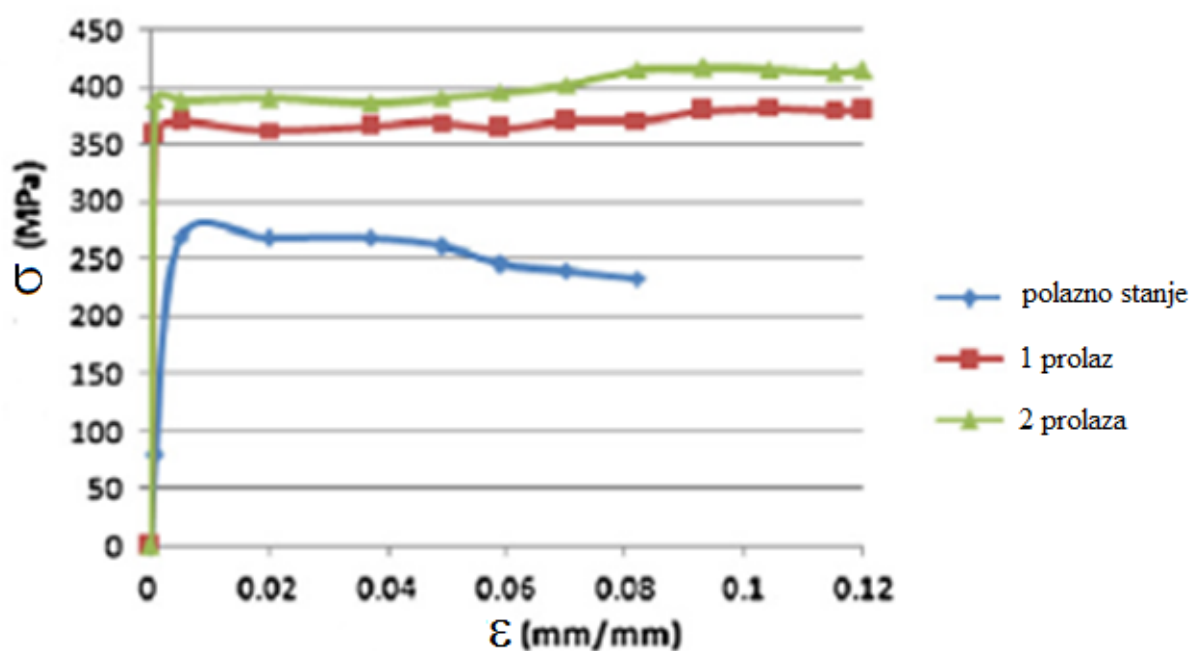
Općenito je poznato da sa usitnjenjem zrna rastu žilavost, dinamička izdržljivost, istežljivost, tvrdoća, čvrstoća itd., a osnovne značajke ECAP postupka su izrazita sitnozrnatost uzorka i očvrnuće plastičnom deformacijom. Kao što je prikazano na slici 2.4., zrno se usitnjava sa brojem prolaza, a sa usitnjenjem zrna i unošenjem plastične deformacije kroz niz prolaza raste i tvrdoća kao što je prikazano na slici 2.6.



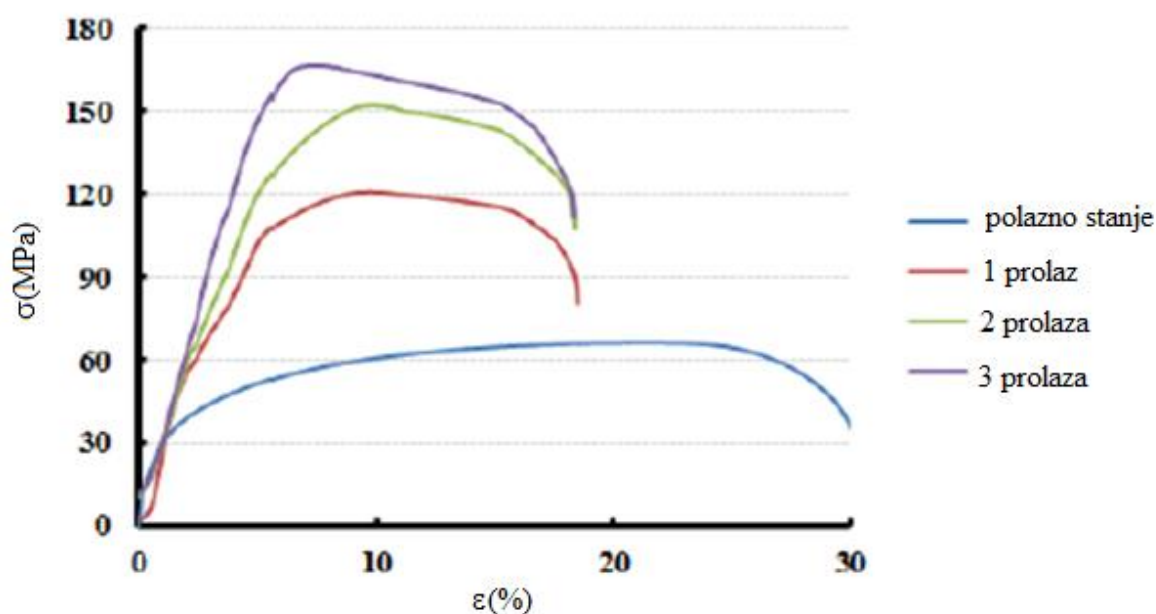
Slika 2.6. Ovisnost tvrdoće aluminija o proju prolazaka kroz alat za ECAP [28]

Već se nakon prvog prolaska kroz alat za ECAP tvrdoća aluminija gotovo udvostruči, te se potom kroz drugi i treći prolaz povisi za još približno 20 % odnosno 30% [22].

Slike 2.7. i 2.8. prikazuju kako broj prolazaka kroz ECAP alat utječe na dijagram naprezanje-istezanje za leguru aluminija i za čisti aluminij.



Slika 2.7. Utjecaj broja prolaza kor alat za ECAP na dijagram naprezanje-istezanje za leguru aluminija [28]

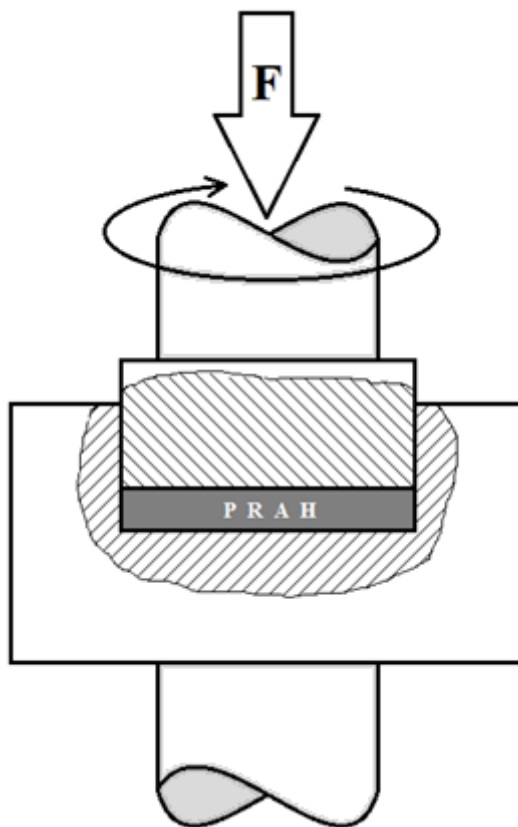


Slika 2.8. Utjecaj broja prolaza kroz alat za ECAP na dijagram naprezanje-istezanje čistog aluminija [28]

ECAP se osim kao metoda za obradu deformiranjem može koristiti i kao metoda za konsolidaciju praha, kako iz već kompaktiranog praha, tako i iz praha kao sirovine. U ovom radu će se koristiti prah kompaktiran metodom hladnog izostatskog prešanja.

3. KONSOLIDIRANJE ALUMINIJSKIH PRAHOVA METODAMA INTENZIVNE PLASTIČNE DEFORMACIJE

Mnoge aluminijske legure pokazuju amorfnu strukturu pri brzom skrutnjavanju, te potom stupnjevito kristaliziraju prilikom zagrijavanja. Jedna od mogućih mikrostruktura su nanočestice aluminija s FCC kristalnom rešetkom raspoređene u staklastoj aluminijskoj matrici. Glavna karakteristika te mikrostrukture je visoka čvrstoća. Budući da amorfne legure na bazi aluminija zahtijevaju vrlo brzo hlađenje, trenutno se ne mogu dobiti komadi takvog aluminija velikih dimenzija. Dobivaju se vlakna debljine do 100 μm ili sitniji prahovi dobiveni plinskom atomizacijom koji se metalurgijom praha mogu pretvoriti u veće komade. Vrućim ekstrudiranjem i vrućim prešanjem se dobivaju komadi koji osim mikrostrukture dobivene atomizacijom povremeno imaju i neželjenu izmijenjenu strukturu i faze. Hladnom konsolidacijom pomoću intenzivne plastične deformacije se dobiva komad bez značajnih promjena mikrostrukture u odnosu na mikrostrukturu praha. Najpoznatija metoda intenzivne plastične deformacije je torzijska metoda značajne plastične deformacije. Ona se sastoji od dva nakovnja, gornjeg i donjeg koji pritišću prah tlačnim naprezanjem od nekoliko GPa, te se istovremeno rotiraju oko uzdužne osi (slika 3.1.) [29].



Slika 3.1. Konsolidacija praha torzijskom metodom intenzivne plastične deformacije

U ovom radu će se analizirati konsolidacija čistog aluminija iz praha pomoću ECAP metode intenzivne plastične deformacije koja zahtjeva znatno manje sile iz preše. Chang et al. je primijenio ECAP na komadu od komercijalne aluminijske legure 6061 proizvedene metalurgijom praha. Time je pokazao da se ECAP tehnologijom mogu unaprijediti svojstva vruće prešanih uzoraka. Kompoziti sa metalnom matricom teže postižu teoretsku gustoću postupcima metalurgije praha od čistih metala i legura, te se stoga traže nove metode konsolidacije metalnih prahova, prvo za čiste metale, a zatim se oni primjenjuju i na legurama i kompozitima s metalnom matricom [30]. U zadnje vrijeme se ECAP postupak istražuje i za konsolidaciju prahova s ciljem postizanja teorijske gustoće, ponajviše provlačenjem košuljice od bakra ili aluminija napunjene prahom kroz kalup za ECAP. Primjena povratnog tlaka konsolidaciju čini boljom. ECAP postupkom se postiže bolja konsolidacija pri znatno nižim temperaturama od konsolidacije vrućim izostatskim prešanjem. Niže temperature sa sobom vuku i manji utrošak energije i vremena na zagrijavanje kalupa. Kompaktiranje ECAP postupkom na niskim temperaturama omogućava

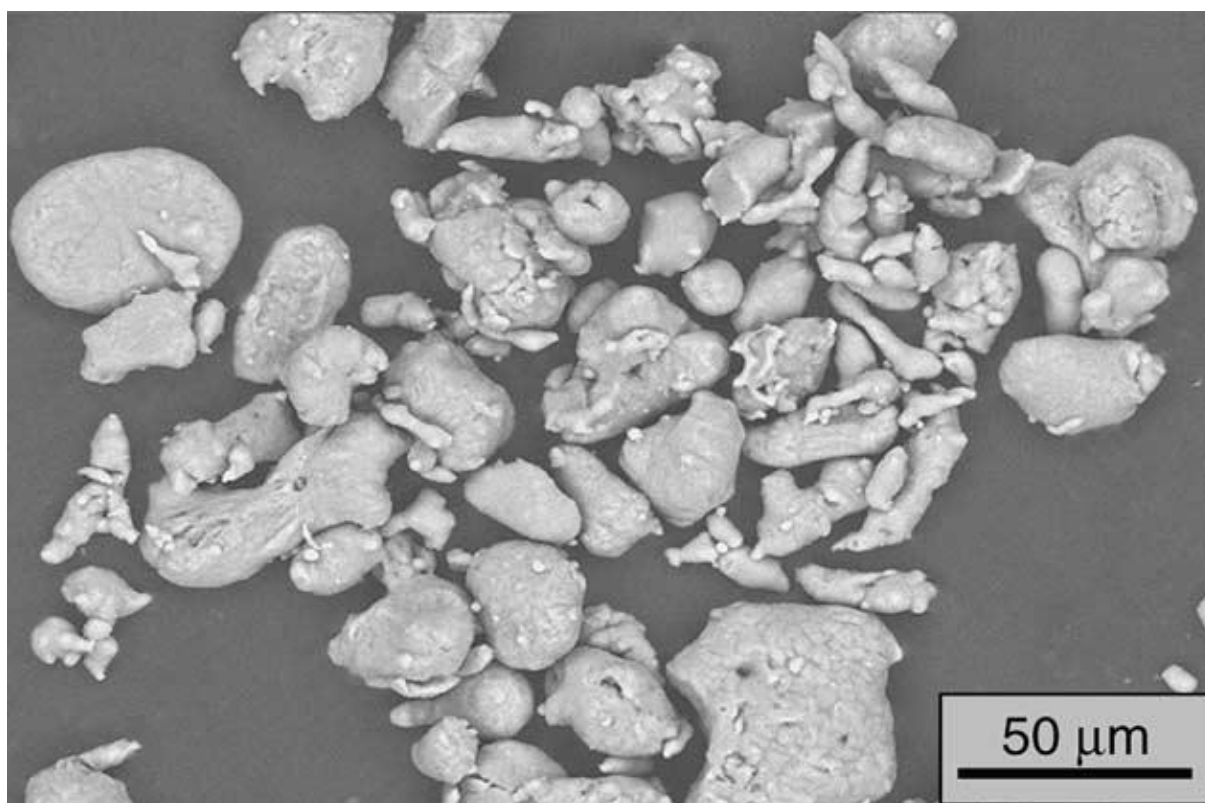
izradu čvrstih materijala sa sitnozrnatom strukturom nano i mikrorazine. ECAP postupkom se unose velike deformacije bez promjene oblika i uz relativno niske zahtjeve na kapacitet preša. Zatvaranje velikih pora zahtjeva aktivno plastično tečenje materijala na razini iznad nanočestica. Takvo tečenje se omogućava makroskopskim smicanjem koje je prisutno prilikom prolaska kroz kut ECAP alata. Istraživanja su provedena ECAP postupkom u jednom i više prolaza na širokom spektru prahova na različitim temperaturama, te je postignuta gotovo teorijska gustoća. ECAP postupkom su dobiveni metalni kompoziti poput volframovog karbida u matrici od kobalta, legure aluminija, amorfnj aluminij, titan, magnezij i bakar iz mikro i nano praha. Aluminijski prah dobiven plinskom atomizacijom u dušiku s prosječnom promjeromčestice od 45 μm i nanočestice Al_2O_3 s prosječnom veličinom čestice od 35 nm su se koristili za konsolidaciju kompozita od aluminijske matrice ojačane aluminij-oksidsnom keramikom [31].

Izbjegavanjem sinteriranja na visokim temperaturama se otvara mogućnost izrade većih dijelova od metala s amorfnom strukturom koji se inače mogu proizvesti samo u obliku tankih vrpce i vlakana jer ih je potrebno izrazito brzo hladiti kako se čestice ne bi stigle kristalizirati. Klasičnim sinteriranjem dolazi do kristalizacije amorfnj strukture i do porasta zrna što je nepoželjno. Metode intenzivne plastične deformacije otvaraju vrata sinteriranju na nižim temperaturama i dobivanju većih komada od metala s amorfnom strukturom. Kod metoda s intenzivnom plastičnom deformacijom dolazi do velikih smičnih deformacija koje s površine praha skidaju oksidni sloj i omogućavaju dobar kontakt između čestica praha. Torzijskom metodom se ne mogu proizvesti dovoljno veliki komadi za mjerodavna istraživanja niti za praktičnu primjenu. ECAP tehnologijom se mogu konsolidirati veći komadi, ali oni ne postižu teoretsku vrijednost gustoće. Zato se uvodi ECAP metoda s povratnim tlakom (*eng.*, *backpressure equal channel angular pressing*“ BP-ECAP) [32].

BP-ECAP metodom je uspješno konsolidiran prah od čistog aluminija na 100°C što je znatno niže od temperature konvencionalnog sinteriranja (600°C) te su dobivena dobra mehanička svojstva. Vrijeme konsolidacije je također znatno manje nego kod konvencionalnog sinteriranja. Čestice praha su se kvalitetno povezale u komad teorijske gustoće i odličnih mehaničkih svojstava, usporedivih sa svojstvima lijevanog aluminijskog ingota [32].

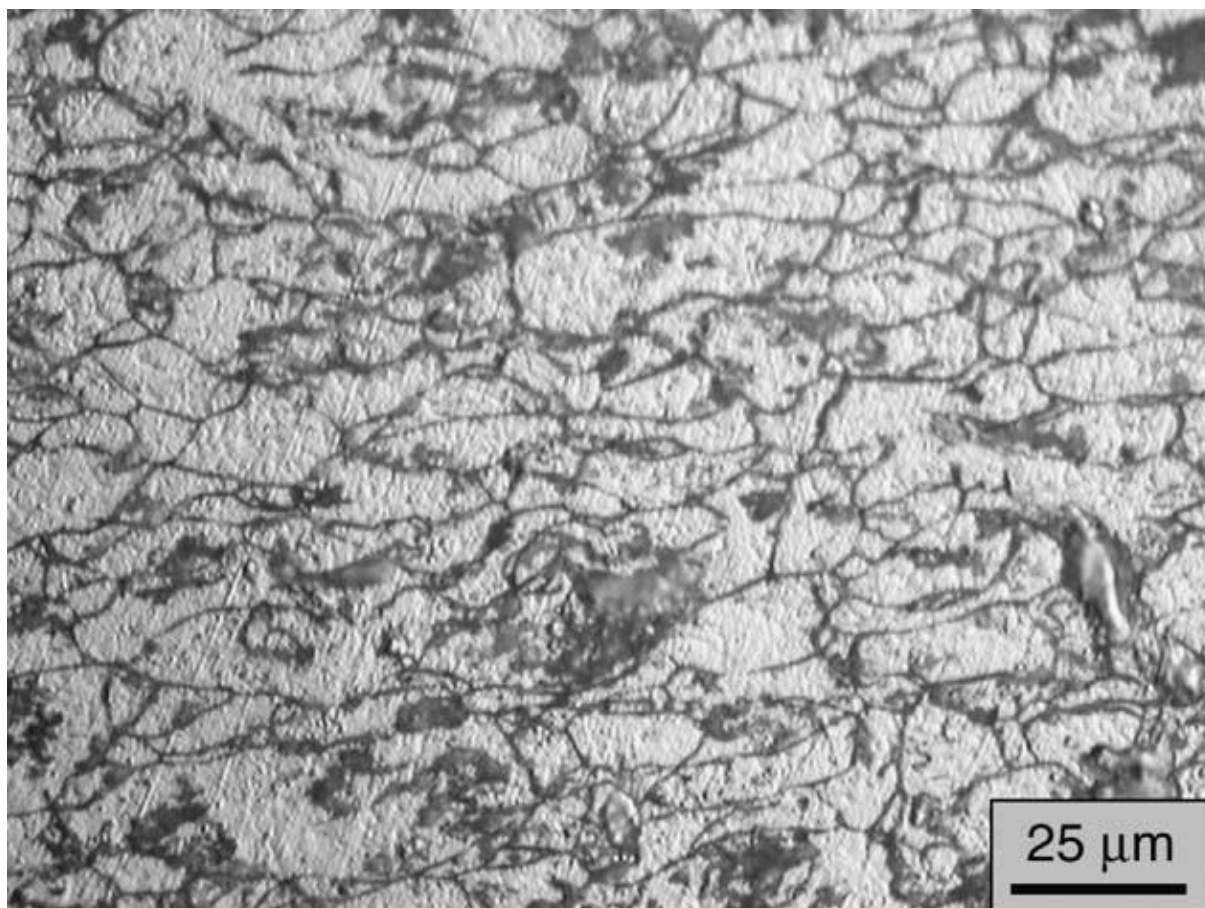
Postupak je proveden na atomiziranom prahu čistog aluminija slijedećeg sastava prema masenim udjelima: Al > 99,7%, Si < 0,10%, Fe < 0,20%, uz ukupni ostatak manji od 0,10%, a udio pojedine komponente ostatka manji od 0,02%.

Maksimalna veličina zrna je bila oko 100 μm dok je 90% volumnog udjela čestica bilo manje od 60 μm . Korištene su čestice praha su nepravilnog zaobljenog oblika kao što je prikazano na slici 3.2.[32].

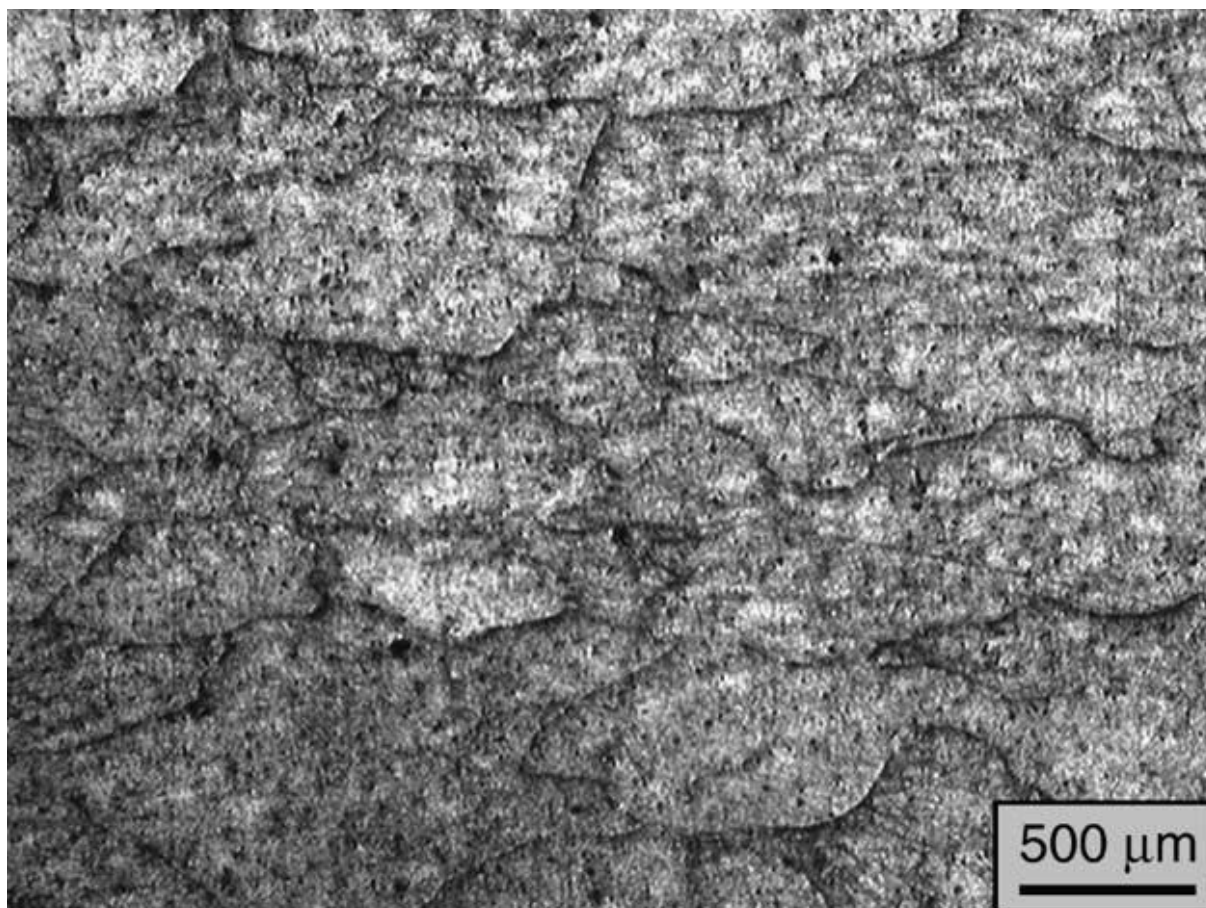


Slika 3.2. Čestice aluminijskog praha atomizirane u dušiku [32]

Za usporedbu se koristio i odljevak od čistog aluminija. Korišten je alat za ECAP s dva kanala pravokutnog presjeka 9 mm x 9 mm koji se sijeku pod 90°. Kalup je zagrijan na 100°C, te se u njega umetnuo i provukao aluminijski prah zamotan u aluminijску foliju, a zatim i uzorak od lijevanog ingota. Alat je bio podmazan mazivom na bazi grafita. Glavni žig se kretao brzinom od 0,2 mm/min uz konstantni povratni pritisak od 50 MPa. I praškasti i lijevani uzorak su jednom provučeni kroz alat za ECAP. Slike 3.3 i 3.4. prikazuju strukture aluminijskog praha konsolidiranog BP-ECAP tehnologijom i aluminijskog odljevka provučenog kroz ECAP kalup s povratnim pritiskom pri 100°C.



Slika 3.3 Mikrostruktura aluminijskog praha konsolidiranog BP-ECAP postupkom na 100°C[32]



Slika 3.4. Struktura aluminijskog odljevka provučenog kroz ECAP kalup s povratnim pritiskom pri 100°C [32]

BP-ECAP postupkom konsolidacije je postignuto dobro povezivanje čestica praha bez prisutnosti pora u materijalu što dokazuje i izmjerena gustoća koja je jednaka teorijskoj. Prosječna veličina zrna konsolidiranog uzorka je 7,2 μm što je gotovo deset puta manje od početne veličine čestica praha (nešto ispod 60 μm). Lijevanom uzorku se nakon prolaska kroz BP-ECAP alat prosječna veličina zrna sa 1600 μm smanjila na 535 μm što je i dalje približno 75 puta veće od zrna konsolidiranog uzorka. Tablica 3.1. prikazuje rezultate mjerenja na uzorcima od BP-ECAP postupkom konsolidiranog aluminijskog praha i na aluminijskom odljevku prije i nakon provođenja BP-ECAP postupka [32].

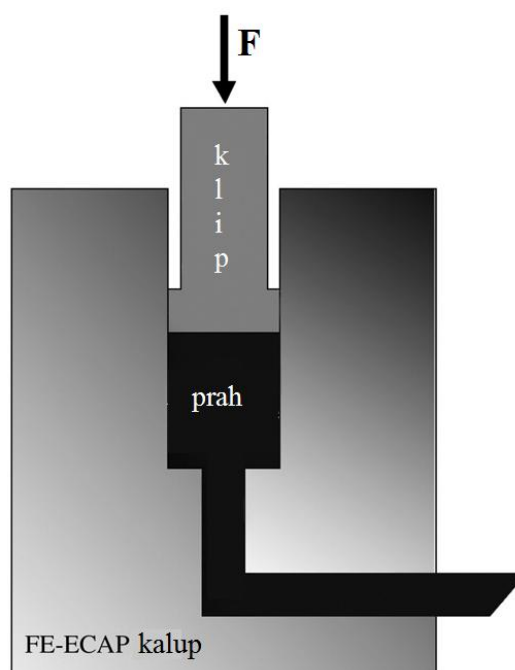
Tablica 3.1. Usporedba svojstava aluminijskog ingota prije i nakon prolaska kroz BP-ECAP alat, te BP-ECAP postupkom konsolidiranog aluminijskog praha [32]

	Aluminijski odljevak		BP-ECAP postupkom konsolidirani aluminijski prah
	Prije prolaska kroz BP-ECAP alat	Nakon prolaska kroz BP-ECAP alat	
Prosječna veličina zrna (μm)	1600	535	7,2
Gustoća (g/cm^3)	2,70	2,70	2,70
Mikrotvrdoća po Vickersu (HV)	23,5	32,3	52,7
Konvencionalna granica razvlačenja $R_{p0,2}$ (MPa)	27	60	135
Vlačna čvrstoća (MPa)	41	64	160
Istezljivost (%)	58	23	11

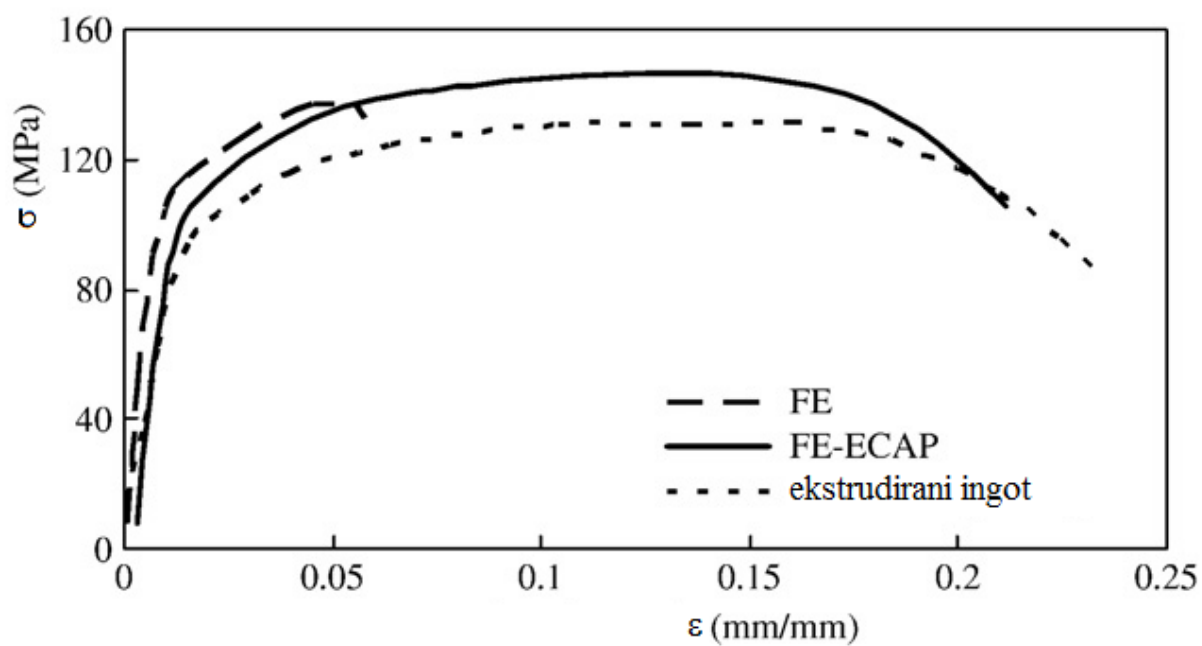
Iz tablice je vidljivo kako se već pri prvom BP-ECAP prolazu uzorku od lijevanog ingota drastično usitni zрно (oko 3 puta), mikrotvrdoća poraste 1,4 puta, poveća se elastično područje, te se smanji plastična rezerva, tj. razlika između granice razvlačenja i vlačne čvrstoće, a istezljivost materijala prije loma pada na manje od pola početne vrijednosti. Uzorak od aluminijskog praha konsolidiran BP-ECAP metodom ima 75 puta sitnije zрно od lijevanog uzorka provučenog kroz BP-ECAP alat, 1,6 puta veću mikrotvrdoću, 2,25 puta veću konvencionalnu granicu razvlačenja, 2,5 puta veću vlačnu čvrstoću i dvostruko manju deformaciju prije loma, tj. istezljivost. Također je postignuta teorijska gustoća konsolidiranog uzorka već nakon prvog prolaza (praha) kroz BP-ECAP alat, odnosno istog prolaza u kojemu se odvija konsolidacija što se ECAP postupkom bez povratnog tlaka nije moglo postići ni kroz nekoliko prolaza kroz alat. BP-ECAP metodom momentalno dolazi do konsolidacije uslijed tlačnih i smičnih pomaka. Smičnim pomacima se površina čestica čisti od oksida, te dolazi do adhezije, tj. hladnog zavarivanja između čestica praha. Nasuprot tome, konvencionalno sinteriranje na temperaturi blizu tališta materijala je dugotrajan proces [32].

Također je otvoren interes za povezivanjem konvencionalnih metoda konsolidacije poput ekstrudiranja s ECAP tehnologijom u metalurgiji praha. Tako je nastala posebna vrsta ECAP

tehnoloige: FE-ECAP, (eng. „*forwardextrusion equal channel angular pressing*“) (Slika 3.5.). U FE-ECAP metodi se objedinjuje ekstrudiranje i ECAP postupak u jednom koraku što omogućuje provođenje ECAP postupka na dugačkom uzorku dobivenom iz praha što konačno dovodi do poboljšanja svojstava osnovnog materijala. M.H. Paydar et. al su proveli ispitivanja na FE-ECAP alatu. Kao polazni materijal su koristili komercijalno čisti aluminijski prah atomiziran pomoću zraka. Čestice praha su bile prosječnog promjera oko 45 μm i nepravilnog oblika. Omjer ekstruzije koji su koristili je 7,1:1 što daje deformaciju od 1,97. U okomitom kanalu se odvija ekstrudiranje koje na sjecištu vodoravnog i okomitog kanala prelazi u ECAP postupak. Punjenje aluminijskog praha se zamota u aluminijsku foliju, te se ubacuje u ulazni kanal gdje disk od cjelovitog aluminijskog služi kao potporanj za proces kompaktiranja. FE-ECAP postupak je proveden na 200°C, te se koristilo mazivo na bazi grafita. Sustav je zagrijan u peći, a klip se kretao brzinom od 0,2 mm/s. Kako bi se dobiveni uzorak imao s čime usporediti, napravljeni su i uzorci od istog praha konvencionalnom metodom ekstrudiranja u metalurgiji praha (eng. *forwardextrusion*; FE-uzorak) s istim parametrima kao i FE-ECAP uzorak. Također je analizirani uzorak od ekstrudiranog ingota aluminijskog [33]. Rezultati su prikazani u tablici 3.1., a dijagram naprezanje istezanje (σ – ϵ) za statični vlačni pokus na slici 3.6.[33].



Slika 3.5. FE-ECAP postupak [33]

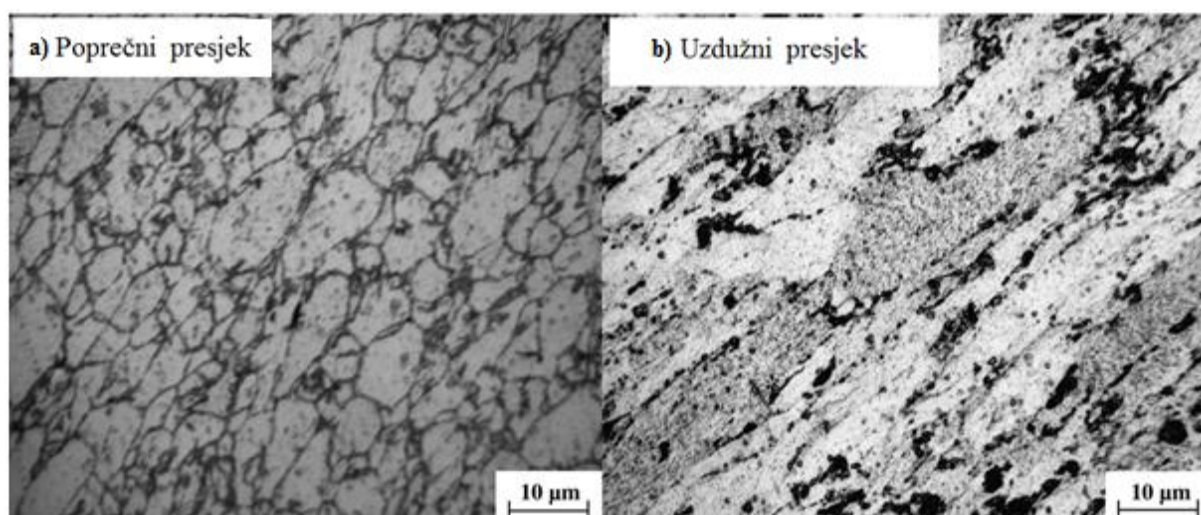


Slika 3.6. σ - ϵ dijagram za uzorak od ekstrudiranog ingota, FE-uzorak i FE-ECAP uzorak [33]

Tablica 3.2. Svojstva uzorka od ekstrudiranog aluminijskog ingota, FE-uzorka i FE-ECAP uzorka [33]

Svojstvo	Uzorak od ekstrudiranog ingota	FE-uzorak	FE-ECAP uzorak
Prosječna veličina zrna (μm)	85 (za poprečni presjek)	30 (za poprečni presjek)	4,4 (za poprečni presjek) 4 (za uzdužni presjek)
Gustoća (g/cm^3)	2,70	2,68	2,70
Tvrdoća po Vickersu (HV)	43	48	73
Konvencionalna granica razvlačenja, $R_{p0,2}$ (MPa)	95	110	124
Vlačna čvrstoća, R_m (MPa)	130	137	147
Istezljivost (%)	23	5,8	21,1

FE-ECAP postupkom je dobivena gotovo izotropna mikrostruktura u poprečnom presjeku dok su u uzdužnom presjeku zrna izdužena u smjeru smičnih naprezanja pri prolasku kroz zavoj što je uobičajeno za ECAP postupak sa jednim prolazom [33]. U tablici 3.1. se vidi kako se FE-ECAP postupkom konsolidacije aluminijskog praha dobiva uzorak teorijske gustoće. U odnosu na uzorak od ekstrudiranog ingota, FE-ECAP uzorak ima gotovo 20 puta sitnije zrno, 70% veću tvrdoću, 30% veću konvencionalnu granicu razvlačenja i 13 % veću vlačnu čvrstoću uz 8% manju istezljivost. Uzorak dobiven metalurgijom praha ekstrudiranjem (FE-uzorak) je na 99% teorijske gustoće, neznatno poboljšanih svojstava tvrdoće, granice razvlačenja i vlačne čvrstoće uz 4 puta manju istezljivost u odnosu na uzorak od ekstrudiranog ingota. Visoke smične deformacije, hidrostatski i povratni tlak za vrijeme provođenja ECAP postupka omogućuju znatno kvalitetniju konsolidaciju i značajno usitnjenje zrna u odnosu na konvencionalno ekstrudiranje. Velika razlika u duktilnosti između FE i FE-ECAP uzorka leži u potpunom sraščivanju zrna praha kod FE-ECAP postupka jer se prilikom unošenja smičnih kretanja čestica u ECAP zavoj skida sloj oksida sa površine čestica praha što omogućuje kontakt između čestica Al praha i postizanje teorijske gustoće bez poroznosti. Slika 3.7. prikazuje mikrostrukturu aluminijskog praha dobivenu FE-ECAP postupkom konsolidacije [33].



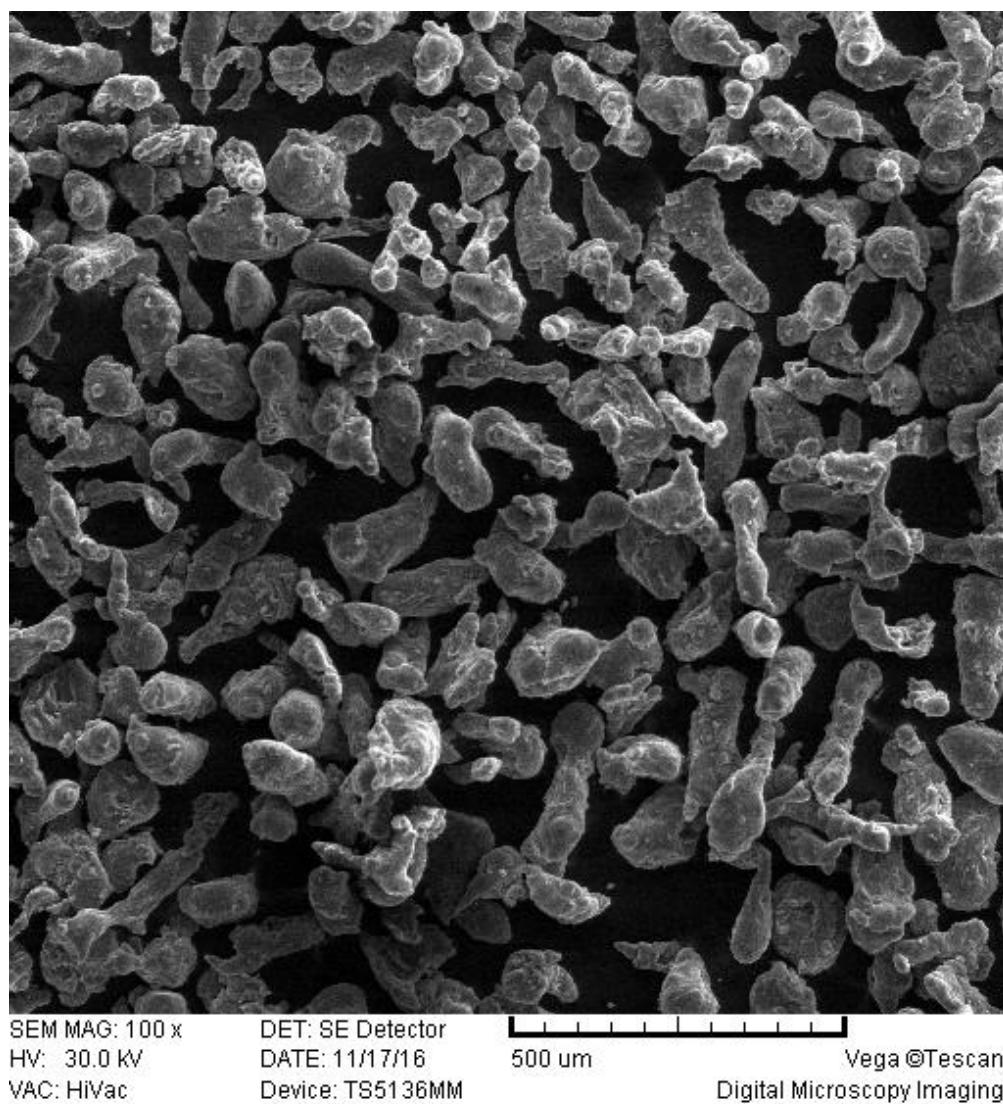
Slika 3.7. Mikrostruktura aluminijadobivena FE-ECAP postupkom konsolidacije u poprečnom (a) i uzdužnom (b) presjeku [33]

4. EKSPERIMENTALNI DIO

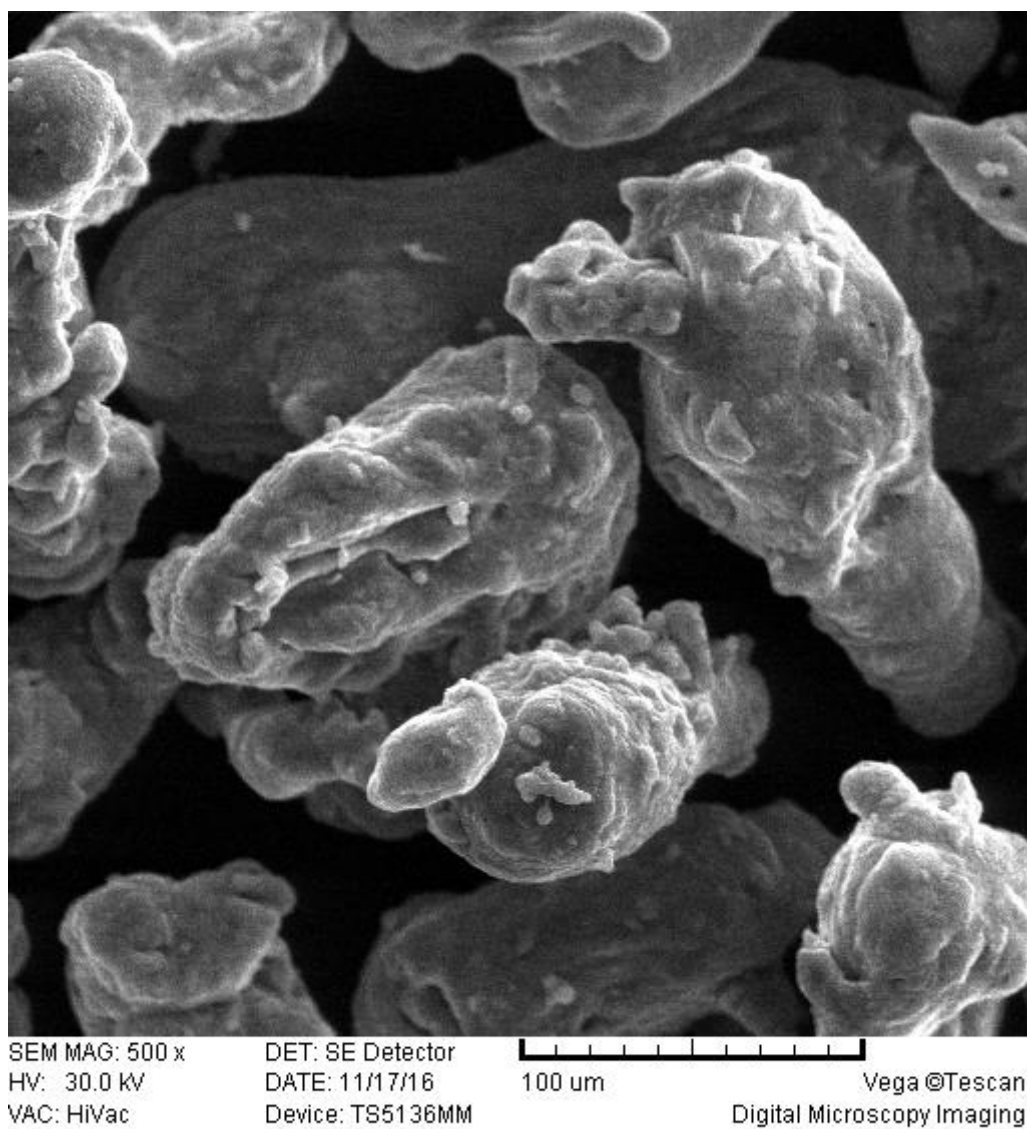
U eksperimentalnom dijelu rada su se pomoću BP-ECAP postupka pokušale konsolidirati čestice praha čistog aluminija. Čestice praha su najprije kompaktirane hladnim izostatskim prešanjem (CIP postupkom) nakon čega su provučene kroz kalup za ECAP sa povratnim pritiskom. Potom je se analizirana dobivena mikrostruktura, mikrotvrdoća i gustoća uzoraka.

4.1. Prah

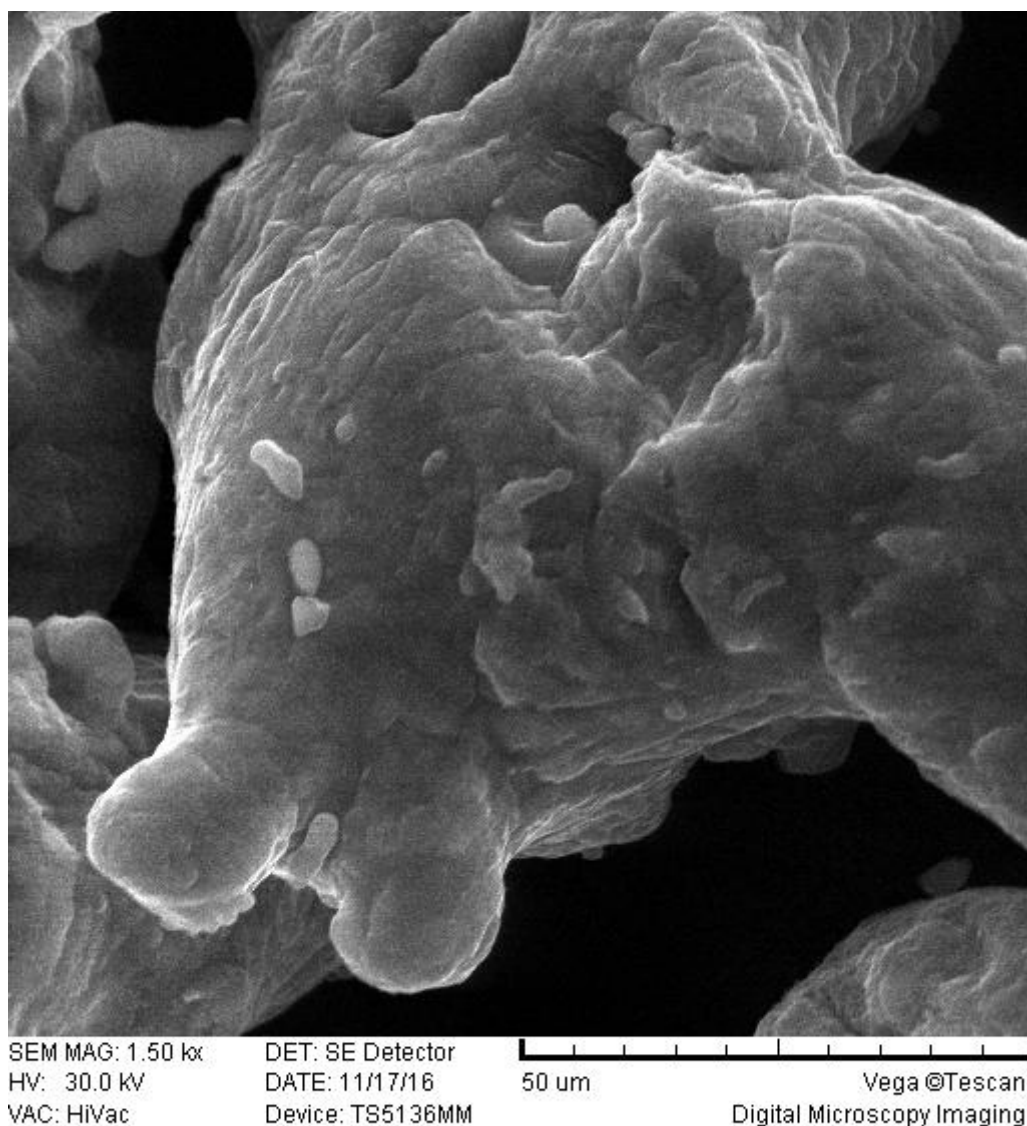
Korišten je aluminijski prah 99,7%-tne čistoće s promjerom čestica manjim od 400 μm . Prah je dobiven plinskom atomizacijom, a čestice su zaobljene i izdužene. Slike 4.1., 4.2. i 4.3. prikazuju prah slikan skenirajućim elektronskim mikroskopom.



Slika 4.1. Prah slikan skenirajućim elektronskim mikroskopom, povećanje 100x

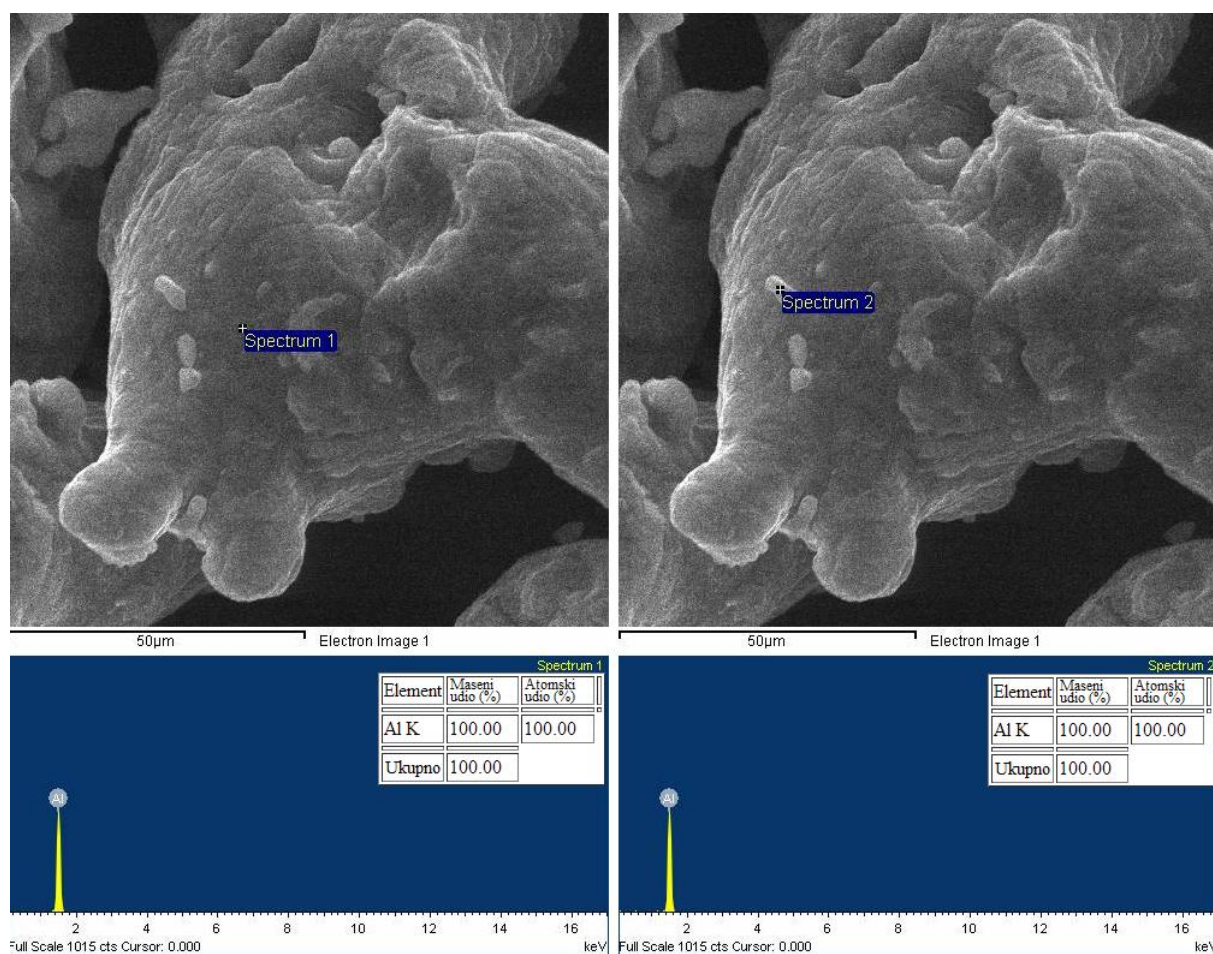


Slika 4.2. Čestice praha slikane skenirajućim elektronskim mikroskopom, povećanje 500 puta



Slika 4.3. Čestice praha slikane skenirajućim elektronskim mikroskopom uz povećanje od 1500 puta

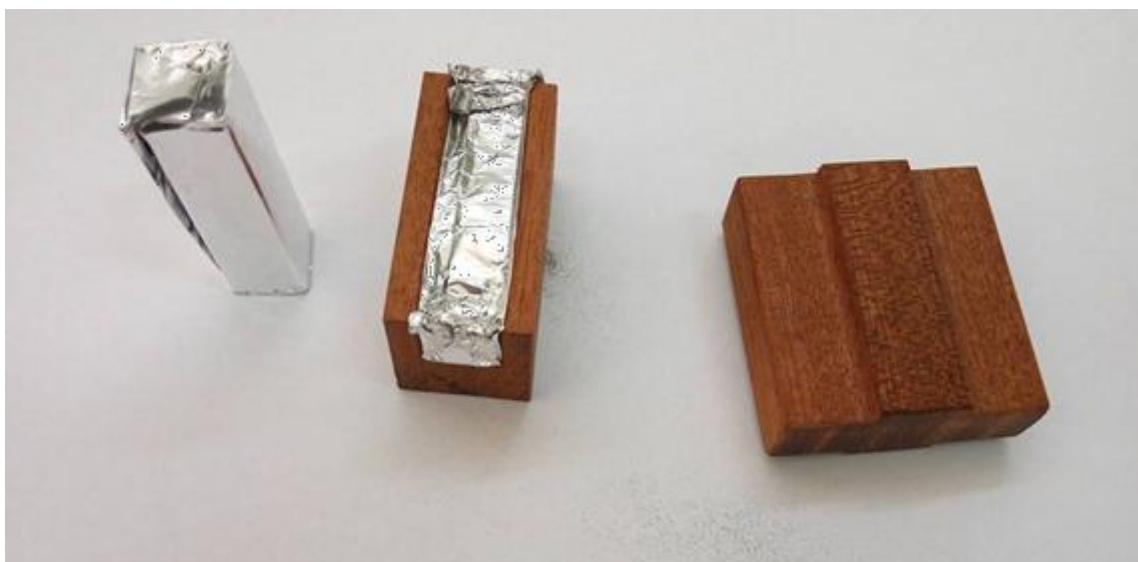
Mikroanalizom kemijskog sastava praha (EDS eng. „*Energy-dispersive X-rayspectroscopy*“) nije detektirano prisustvo kisika čime se potvrdilo da je izostala oksidacija čestica praha, (slika 4.4.).



Slika 4.4. Rezultati EDS analiza čestice praha

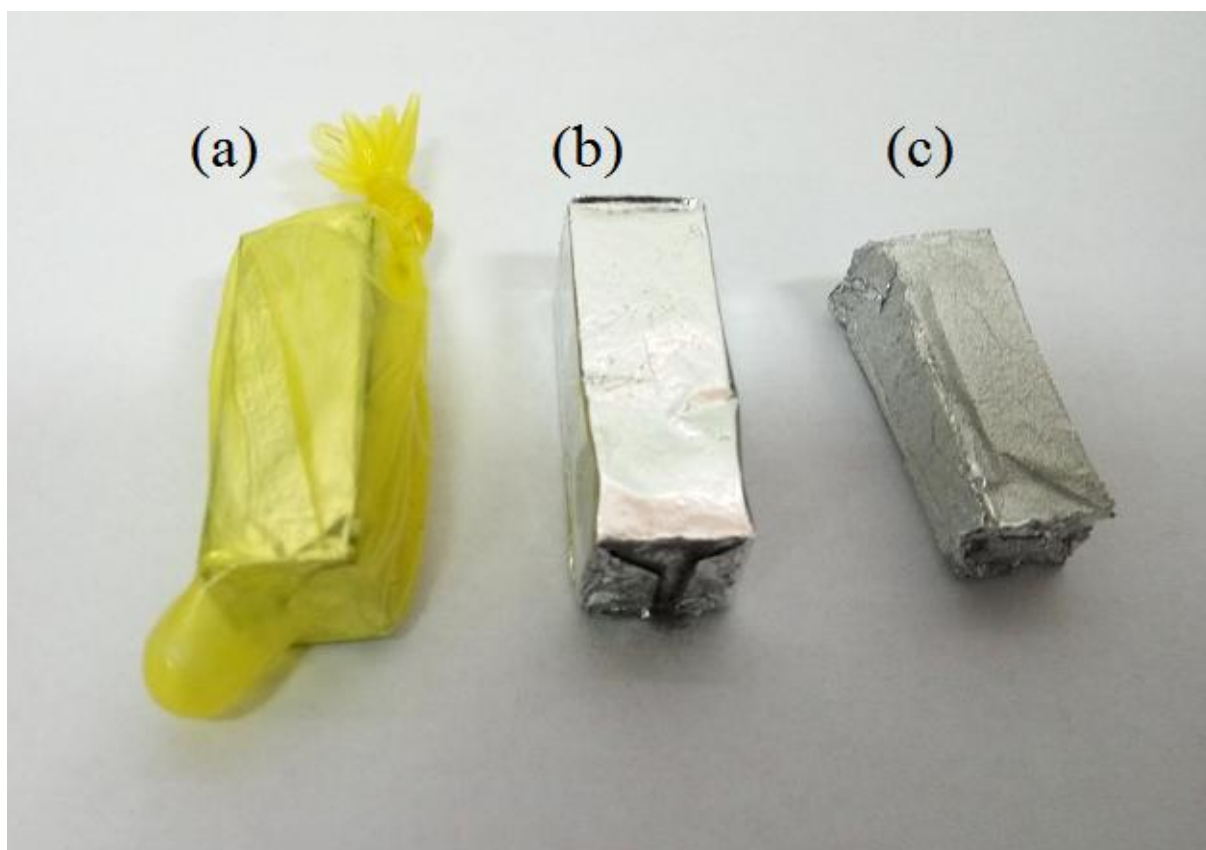
4.2. Kompaktiranje uzoraka

Aluminijski prah je kompaktiran postupkom hladnog izostatskog prešanja na alatu čiji se nacrt sa uputama za korištenje nalazi u prilogu I. Prah je zamotan u aluminijsku foliju oblika kvadra dimenzija 14 mm x 14 mm x 40 mm pomoću drvenog kalupa kao što je prikazano na Slici 4.5.

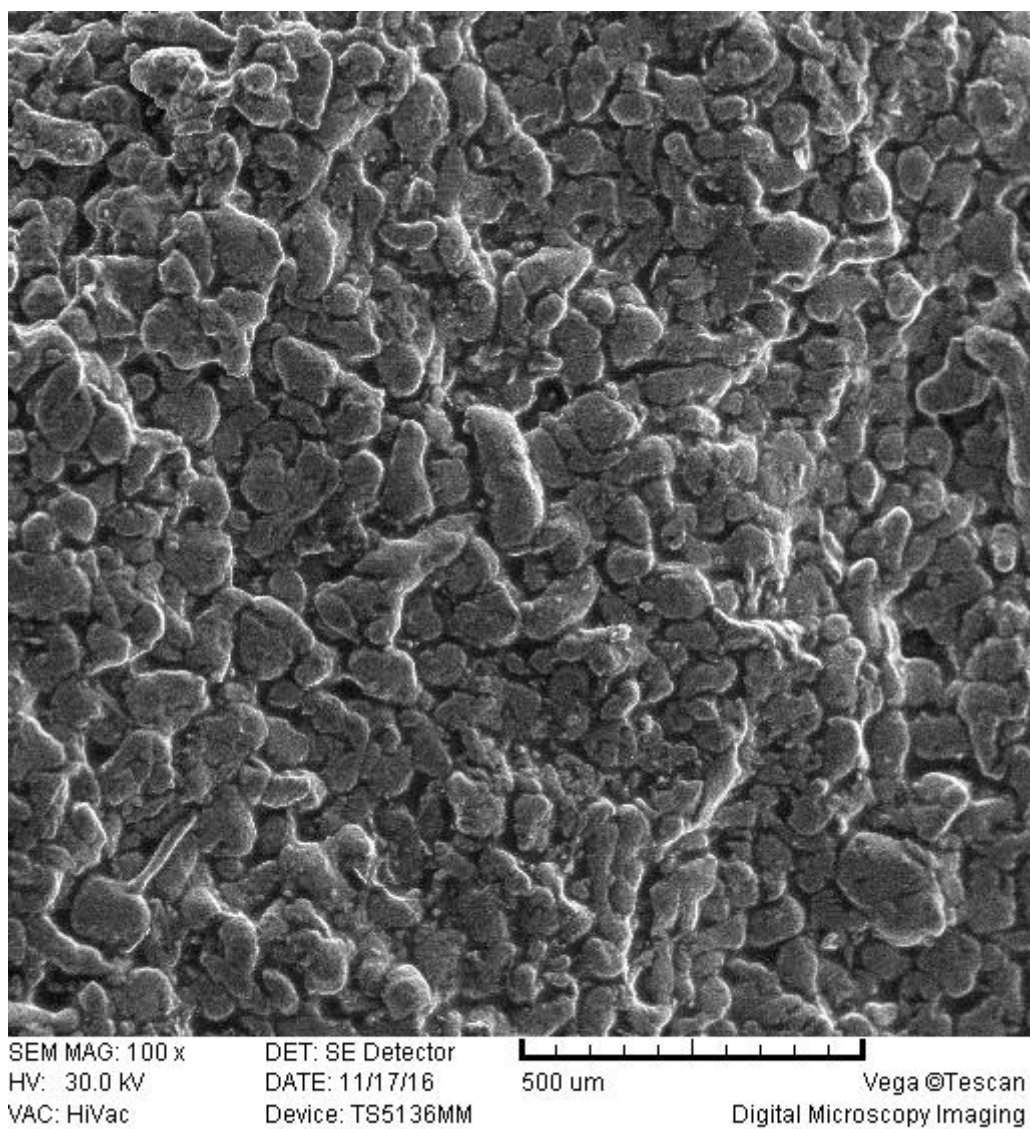


Slika 4.5. Aluminijski prah zamotan u foliju pomoću drvenog kalupa

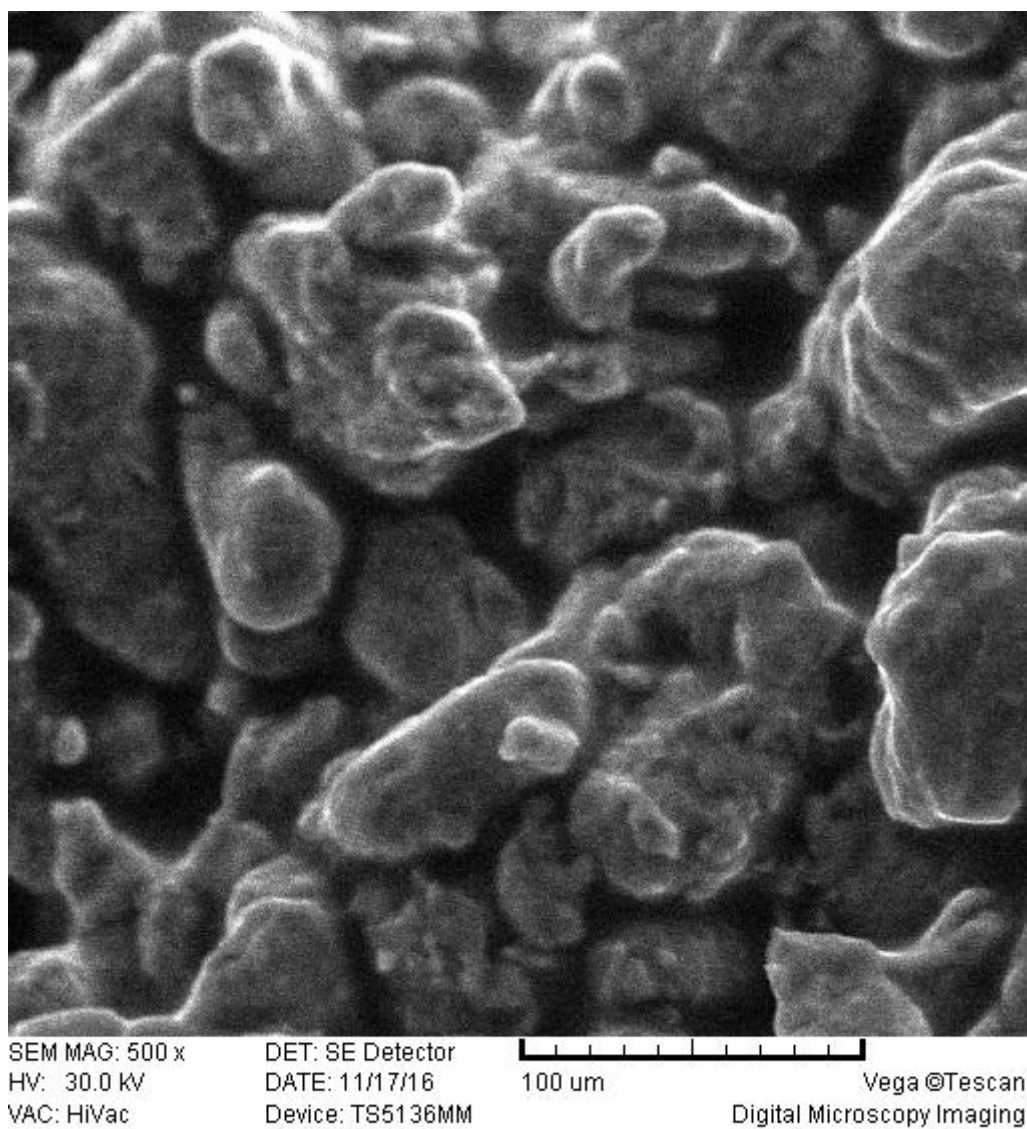
Oblikovani kvadar stavljen je u vrećicu od elastomera. Vrećica je zatvorena običnim čvorom na otvorenom kraju i ubačena u kalup za hladno izostatičko prešanje u ulju. Uzorak je prešan pod tlakom od 200 MPa u trajanju od 1 minute na sobnoj temperaturi. Dobiven je uzorak konzistencije slične kredi, dovoljno kompaktan za daljnje rukovanje. Uzorak se s početnih dimenzija 14 mm x 14 mm x 12 mm sabio na 12 mm x 12 mm x 35 mm. Brušenjem je doveden na željene dimenzije presjeka za prolazak kroz ECAP kalup (12 mm x 12 mm). Radi nemogućnosti postizanja željene duljine uzorka za ECAP kalup, u ECAP kalup su kasnije ubačena četiri kompaktirana uzorka dimenzija 12 mm x 12 mm x 35 mm jedan za drugim, te su protiskivani u jednom prolazu. Izmjerena gustoća hladno izostatički prešanih uzoraka je $2,394 \text{ g/cm}^3$ što predstavlja približno 89% teorijske gustoće aluminija ($2,7 \text{ g/cm}^3$). Slike 4.6., 4.7. i 4.8. prikazuju strukturu uzorka kompaktiranog hladnim izostatičkim prešanjem slikanu skenirajućim elektronskim mikroskopom. Slika 4.9. prikazuje mikrostrukturu kompaktiranog uzorka pod svjetlosnim mikroskopom.



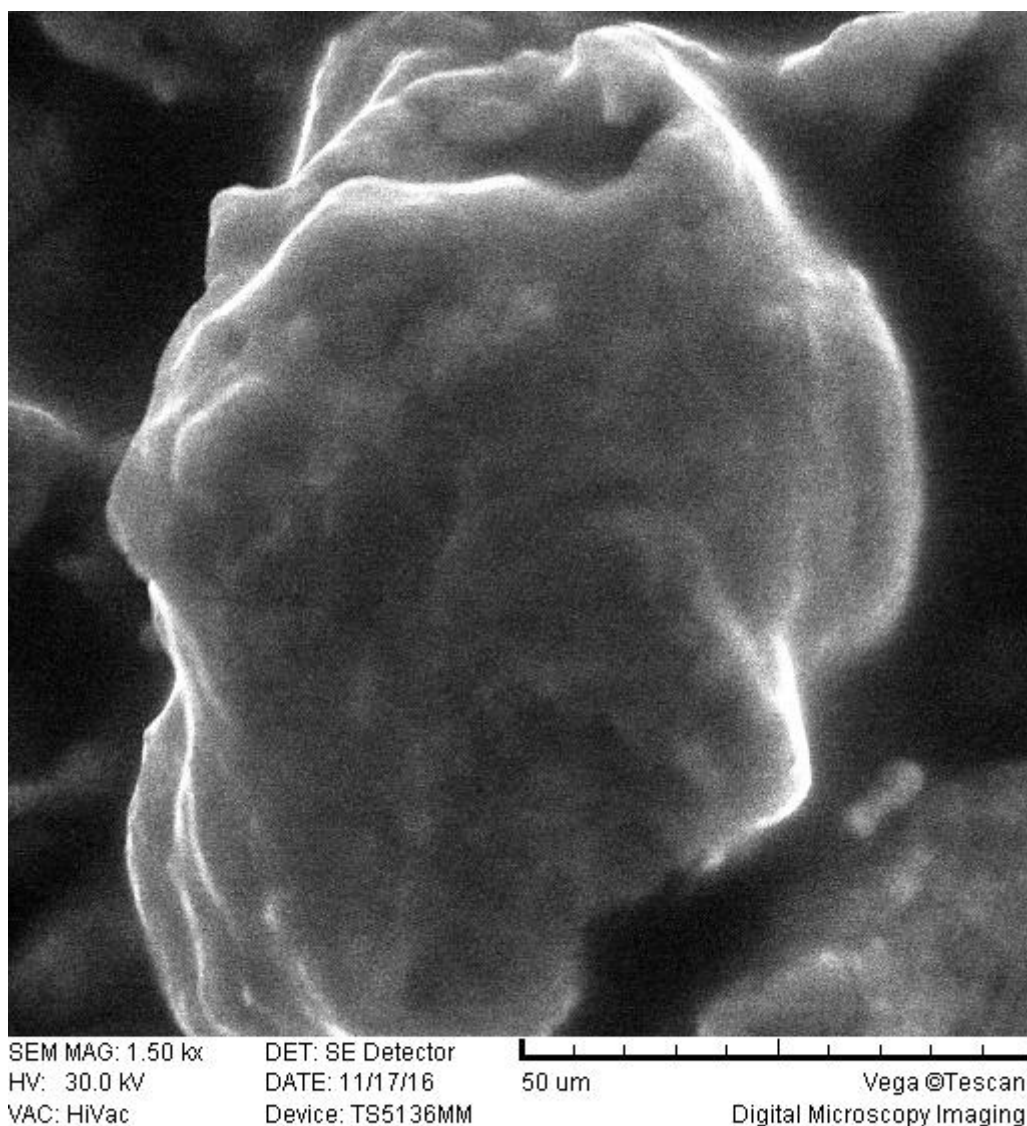
Slika 4.6. Hladno izostatski prešani uzorak: (a) u elastomernoj vrećici spreman za hladno izostatsko prešanje; (b) prah zamotan u aluminijsku foliju; (c) Hladno izostatski prešani uzorak



Slika 4.7. Kompaktirani uzorak slikan skenirajućim elektronskim mikroskopom, povećanje 100 puta

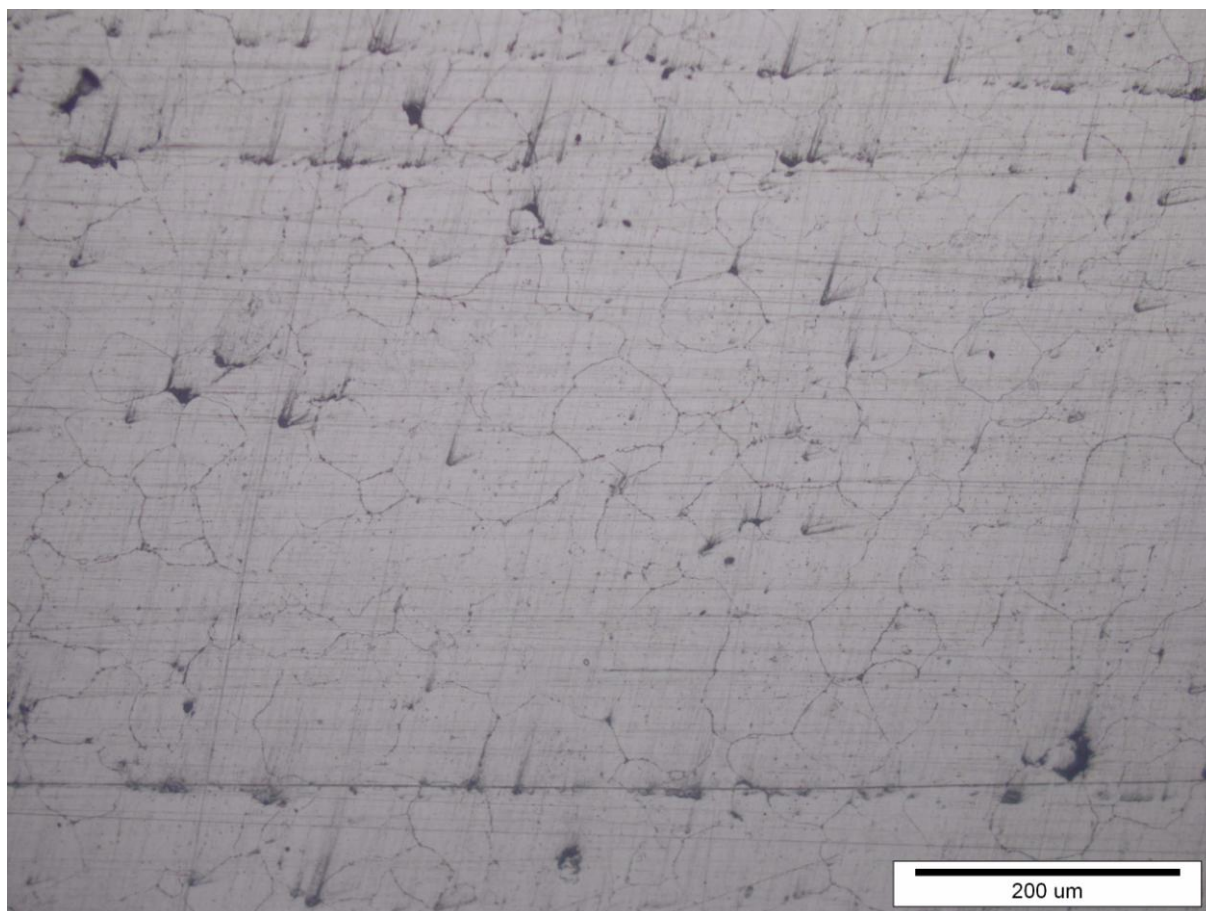


Slika 4.8. Hladno izostatski prešani uzorak slikan SEM elektronskim mikroskopom povećanje, 500 puta



Slika 4.9. Zrno praha u kompaktiranom uzorku slikano skenirajućim elektronskim mikroskopom, povećanje 1500 puta

Kako bi se analizirala mikrostruktura, jedan je kompaktirani uzorak izdvojen i pripremljen na sljedeći način: prvo brušen u 5 koraka na 300 okretaja u minuti pomoću ploče promjera 250 mm uz vođeno hlađenje. U prvom koraku je brušen papirom granulacije 320 zrna po cm^2 , zatim u drugom koraku 500, u trećem 1000, u četvrtom 2000 i u petom 4000. Potom je uzorak poliran u dva koraka od po 3 minute na 150 okretaja u minuti uz hlađenje pomoću lubrikanta. Dobivena mikrostruktura je prikazana na slici 4.10.



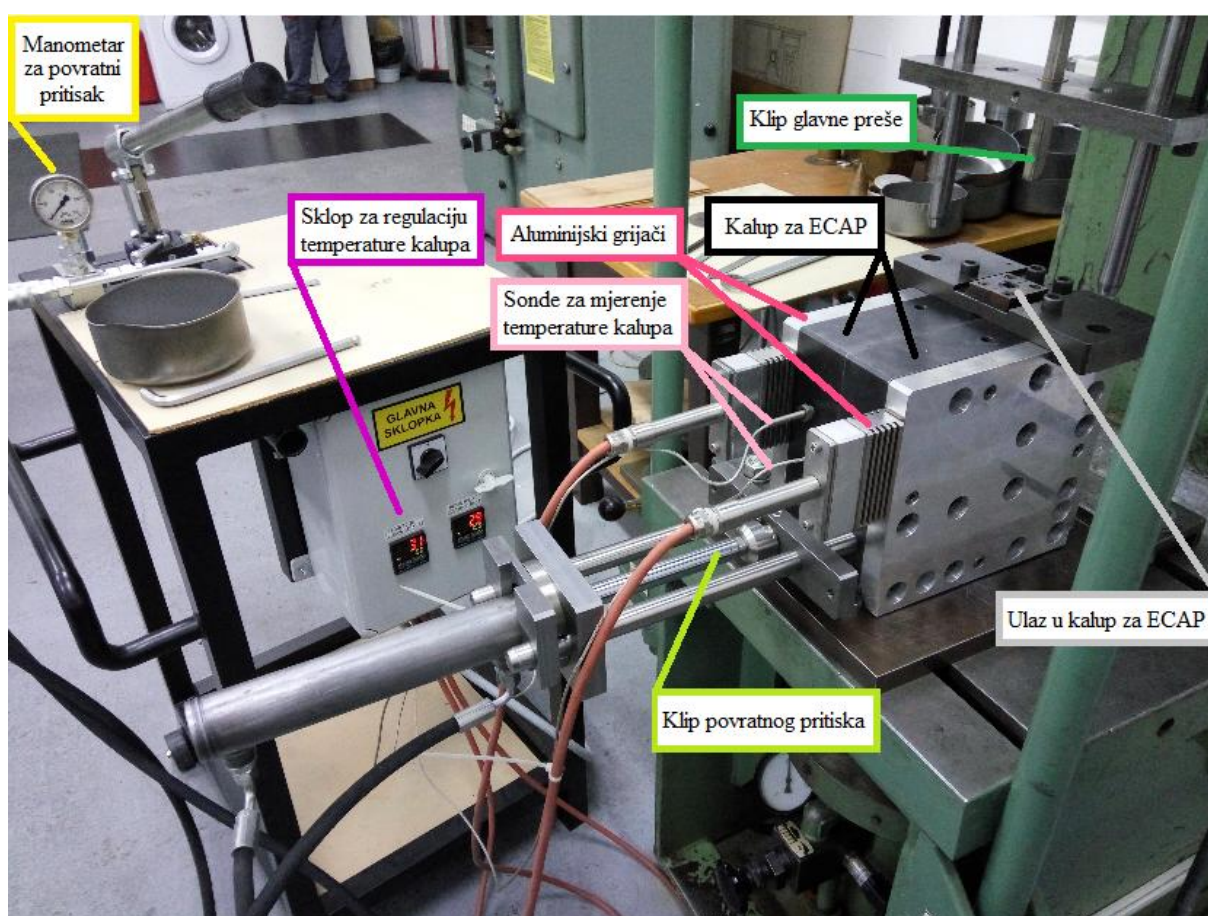
Slika 4.10. Mikrostruktura kompaktiranog uzorka pod svjetlosnim mikroskopom i povećanjem od 200 puta

Iz slika je vidljivo kako se prah kompaktirao, no u uzorku su i dalje prisutne pore u velikoj mjeri što je potvrđeno i mjerenjem gustoće. Softverskim paketom ImageJ je utvrđena prosječna veličina zrna od 90 μm . Provedeno je i mjerenje mikrotvrdoće uzorka Vickersovom metodom HV0,2, tj. pri opterećenju od 1,962 N. Provedena su tri mjerenja i dobiveni susljedeći rezultati: 36 HV0,2, 36 HV0,2 i 38 HV0,2.

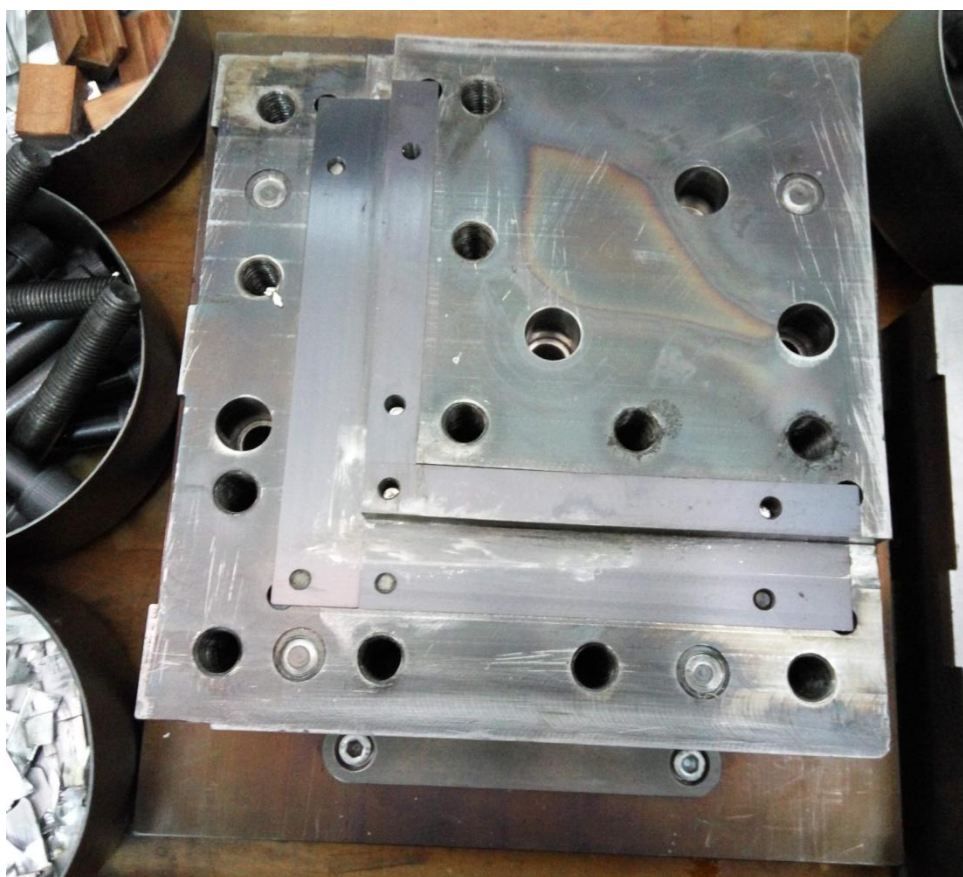
4.3. Provođenje BP-ECAP postupka za konsolidaciju aluminija

Sustav na kojem je provedena konsolidacija aluminija BP-ECAP postupkom se sastoji od (slika 4.11.):

- Dvodijelnog čeličnog kalupa za ECAP postupak sa umetnutim pločicama od alatnog čelika kako bi se povećala otpornost kalupa na trošenje s dva kanala kvadratnog presjeka 12 mm x 12 mm koji se sjeku pod pravim kutom (slika 4.12)
- glavne hidrauličke preše sa zadanom brzinom pomicanja klipa
- preše za povratni pritisak kojoj se zadaje tlak
- sustava za zagrijavanje i regulaciju temperature koji se sastoji od:
 - aluminijskih grijača
 - sonde za mjerenje temperature kalupa
 - sklop za regulaciju temperature



Slika 4.11. Postava za BP-ECAP postupak



Slika 4.12. Kalup za ECAP

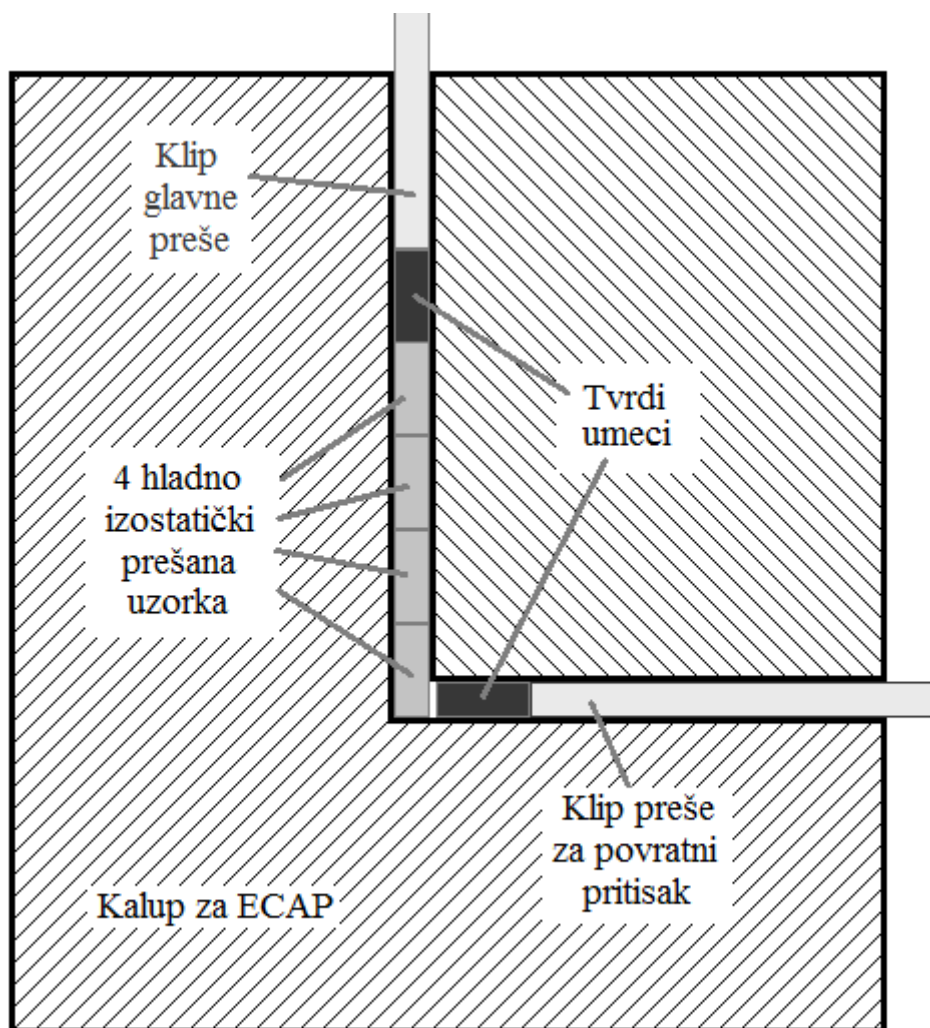
Četiri hladno izostatski prešana uzorka izbrušena na dimenzije 12 mm x 12 mm x 35 mm (slika 4.13.) su umetnuti u alat za ECAP jedan za drugim (slika 4.14.). Nakon što su uzorci pozicionirani u kalup su umetnuti i tvrdi umeci kroz oba otvora kalupa. Oni služe kako bi umanjili trošenje klipa preša. Umetak za klip glavne preše je ušao u kalup bez poteškoća, dok je umetak za klip preše za povratni pritisak radi neadekvatnih tolerancija trebalo uprešavati tlakom od 70 MPa. Presjek kalupa za ECAP sa uzorcima, tvrdim umecima i klipovima obaju preša je prikazan na slici 4.15.. Glavnom prešom je osigurana konstantna brzina kretanja klipa od 8 mm u minuti, ujedno i minimalna na ovoj vrsti preše, dok se klip preše za povratni pritisak opirao pomicanju sa 87 MPa. Klipovi i tvrdi umeci su bili podmazani mazivom na bazi molibden-disulfida. Kalup sa umetnutim uzorcima je pomoću sustava za zagrijavanje i održavanje temperature zagrijan na 100°C te je na toj temperaturi zadržan 5 minuta kako bi se temperatura ravnomjerno rasporedila po kalupu



Slika 4.13. Brušeni hladno izostatski prešani uzorci



Slika 4.14. Uzorak pokraj ulaza u kalup za ECAP



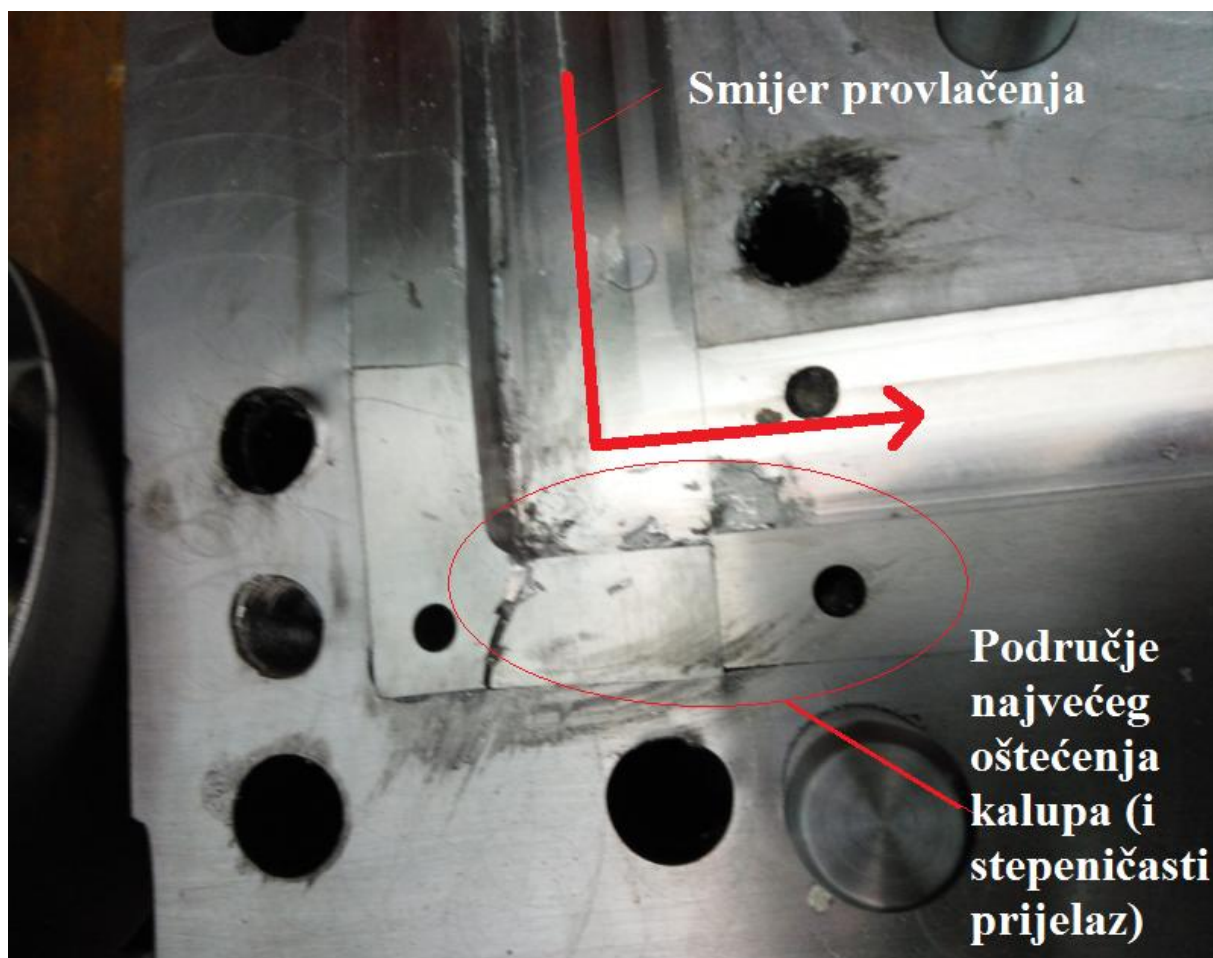
Slika 4.15. Skica popunjenog kalupa za konsolidiranje aluminija BP-ECAP postupkom

Cilj postupka je dobiti cjeloviti konsolidirani uzorak od aluminija 100%-tne teorijske gustoće ($2,7 \text{ g/cm}^3$) iz hladnoizostatski prešanog uzorka s 89% teorijske gustoće. Očekuje se da će se u ECAP kutu pod djelovanjem visokih smičnih naprezanja i posmaka čestice aluminija povezati i konsolidirati u jedinstveni materijal povišene tvrdoće bez poroznosti. Nakon što je glavna preša protisnula uzorke do kraja, kalup je otvoren kako bi se došlo do uzoraka (slika 4.16.).



Slika 4.16. Otvaranje ECAP kalupa

Uslijed prevelikih naprezanja, kalup se trajno deformirao, te je došlo do loma umetka od alatnog čelika stvarivši stepeničaste prijelaze što je onemogućilo pravilno provlačenje uzoraka (Slike 4.17. i 4.18.).



Slika 4.17. Oštećenje ECAP-kalupa

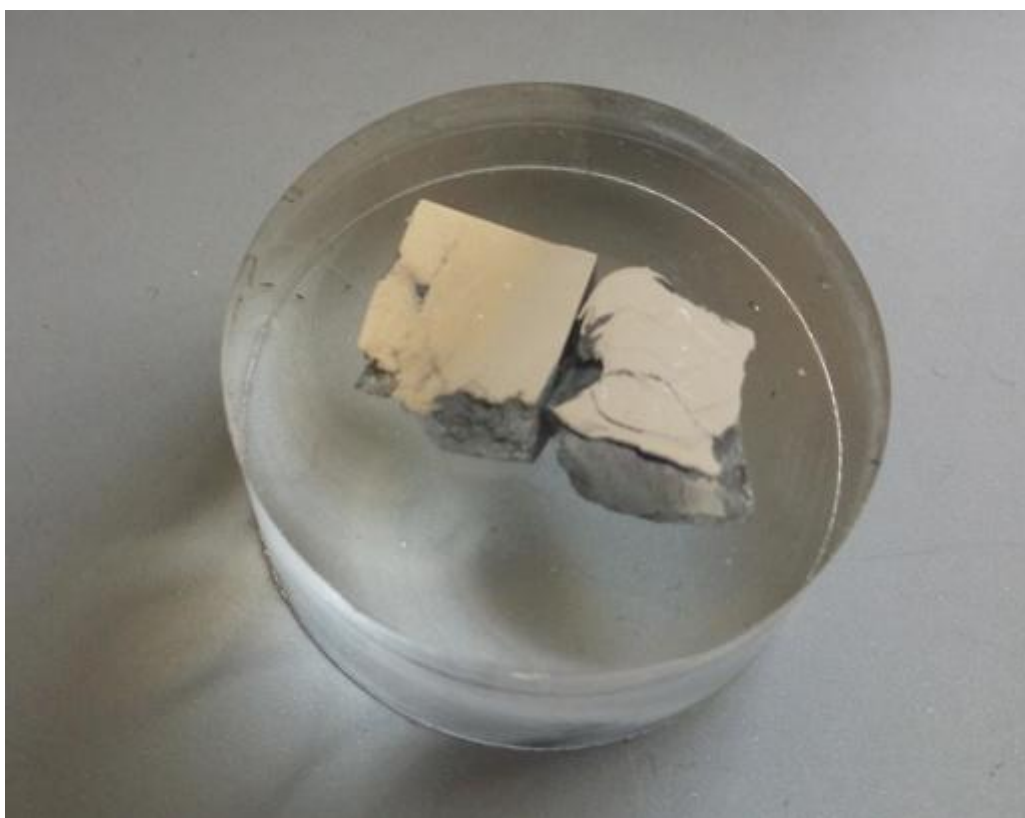


Slika 4.18. Uzorci provučeni kroz ECAP kalup BP-ECAP postupkom

Na lijevom uzorku na slici 4.18. je vidljiva posljedica stepeničaste promjene dimenzija kalupa uslijed loma dok je na desnom uzorku vidljivo usmjerena konsolidacija uslijed posmaka u zavoju ECAP kalupa. Mjerenjem gustoće je utvrđena gustoća od $2,517 \text{ g/cm}^3$ što je 93,2 % teorijske gustoće (2.7 g/cm^3).

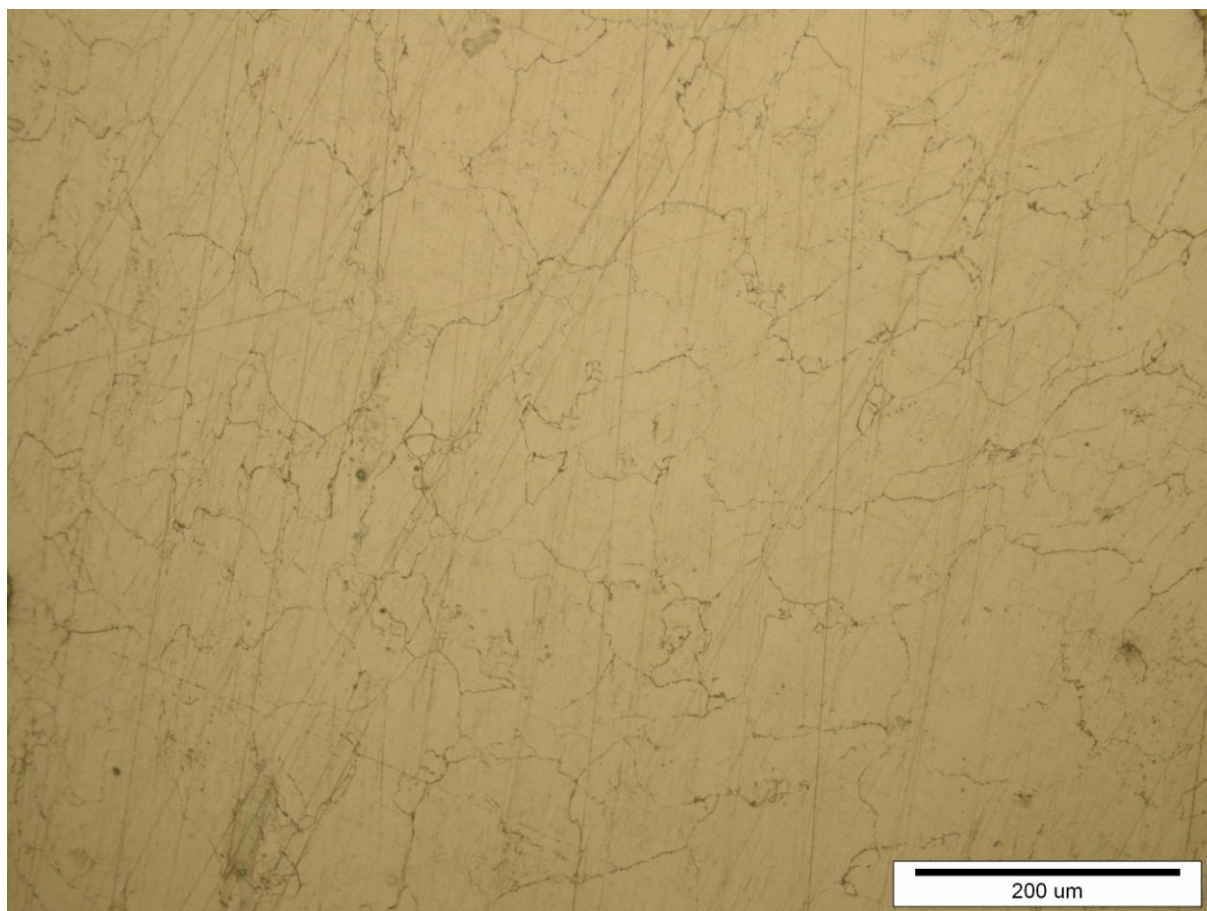
4.3.1. analiza mikrostrukture uzoraka konsolidiranih BP-ECAP postupkom

Uzeti su uzorci koji su prošli kroz ECAP zavoj te su pripremljeni za analizu mikrostrukture u uzdužnom i poprečnom presjeku. Najprije su izrezani na dimenzije za ulijevanje, te su potom uliveni u polimernu masu. Potom su brušeni u 5 koraka na 300 okretaja u minuti pomoću ploče promjera 250 mm uz vodeno hlađenje. U prvom koraku su brušeni papirom granulacije 320 zrna po cm^2 , zatim u drugom koraku 500, u trećem 1000, u četvrtom 2000 i u petom 4000. Potom su uzorci polirani u dva koraka od po 3 minute na 150 okretaja u minuti uz hlađenje pomoću lubrikanta. U prvom koraku se koristila dijamantna pasta sa zrnima od 3 μm , a u drugom od 1,5 μm . Slika 4.19. prikazuje ulivene uzorke u poliranom stanju.

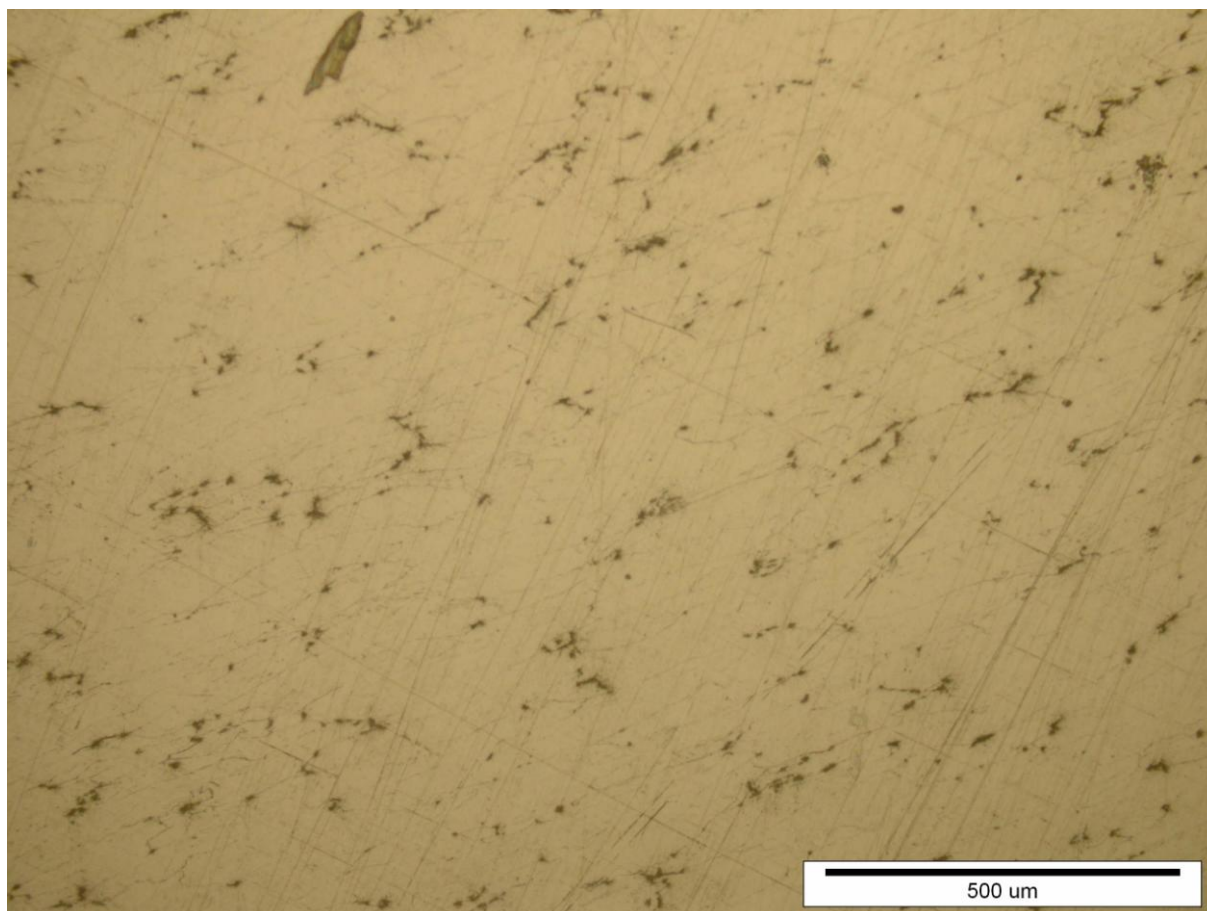


Slika 4.19. Uliveni uzorci u poliranom stanju; lijevi uzorak je u uzdužnom presjeku, a desni u poprečnom

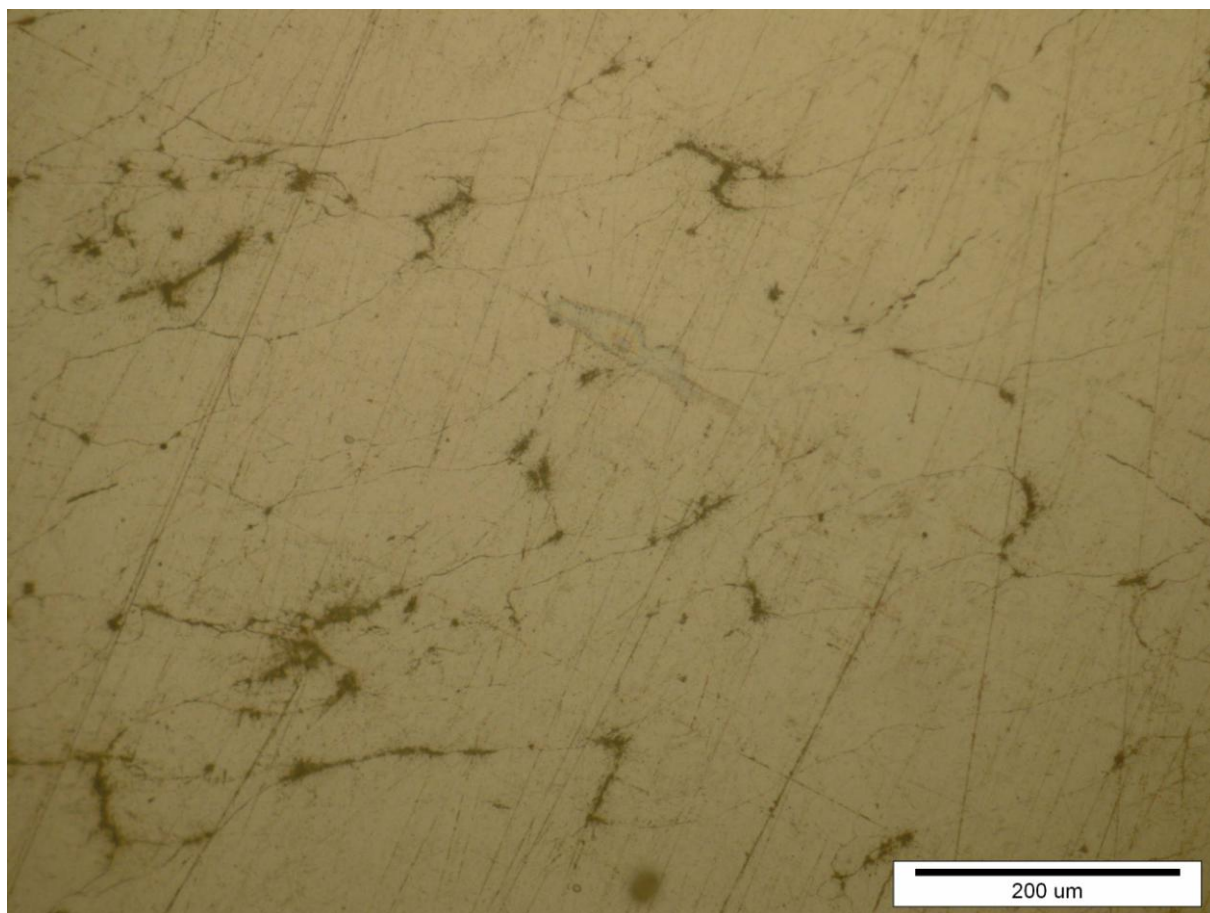
Slike 4.20., 4.21., 4.22. i 4.23. prikazuju mikrostrukturu uzoraka nakon provođenja BP-ECAP postupka konsolidacije u uzdužnom i poprečnom presjeku.



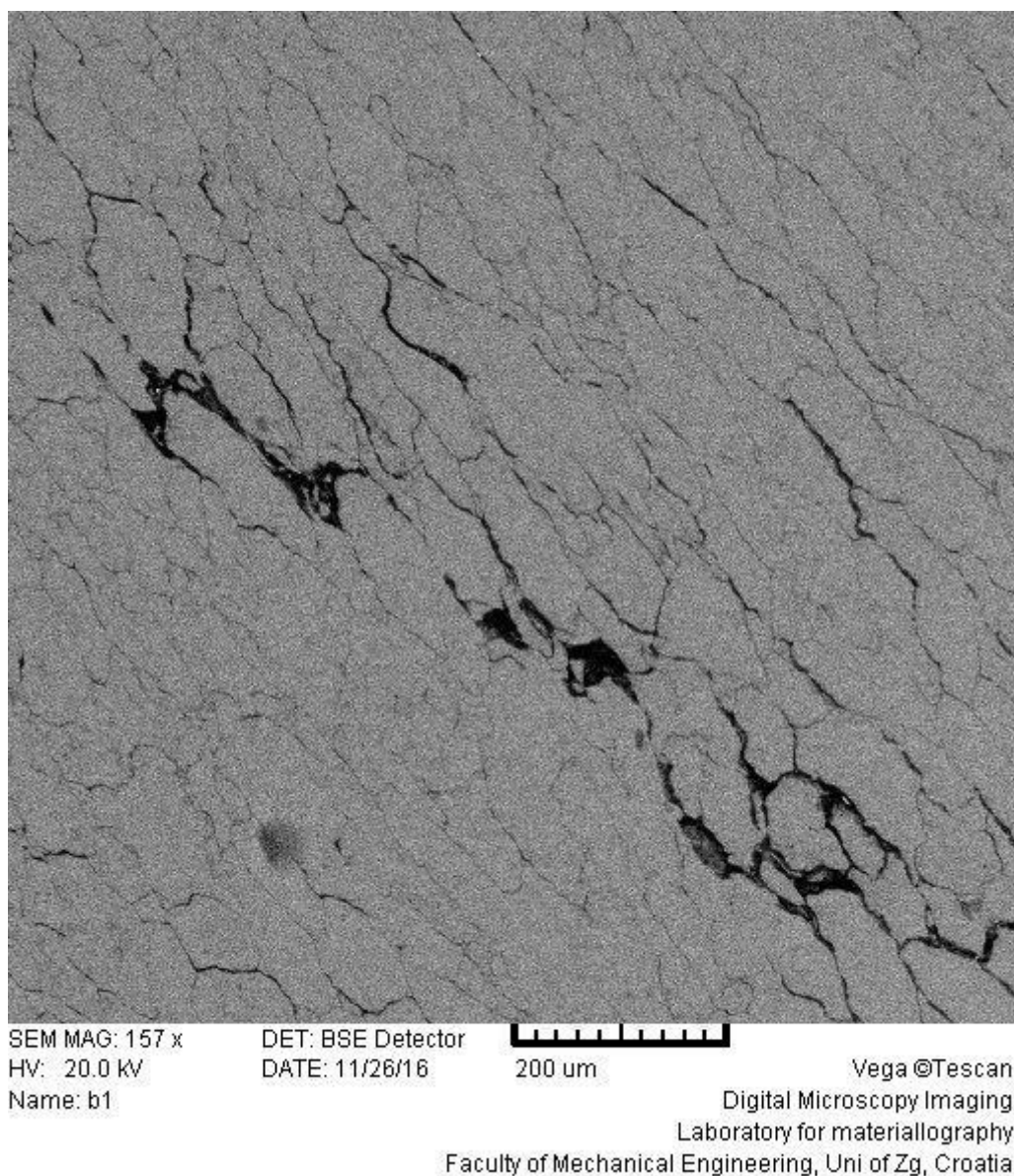
Slika 4.20 Uzorak konsolidiran BP-ECAP postupkom pod svjetlosnim mikroskopom s povećanjem od 200 puta u poprečnom presjeku



Slika 4.21. Uzorak konsolidiran BP-ECAP postupkom pod svjetlosnim mikroskopom s povećanjem od 200 puta u poprečnom presjeku

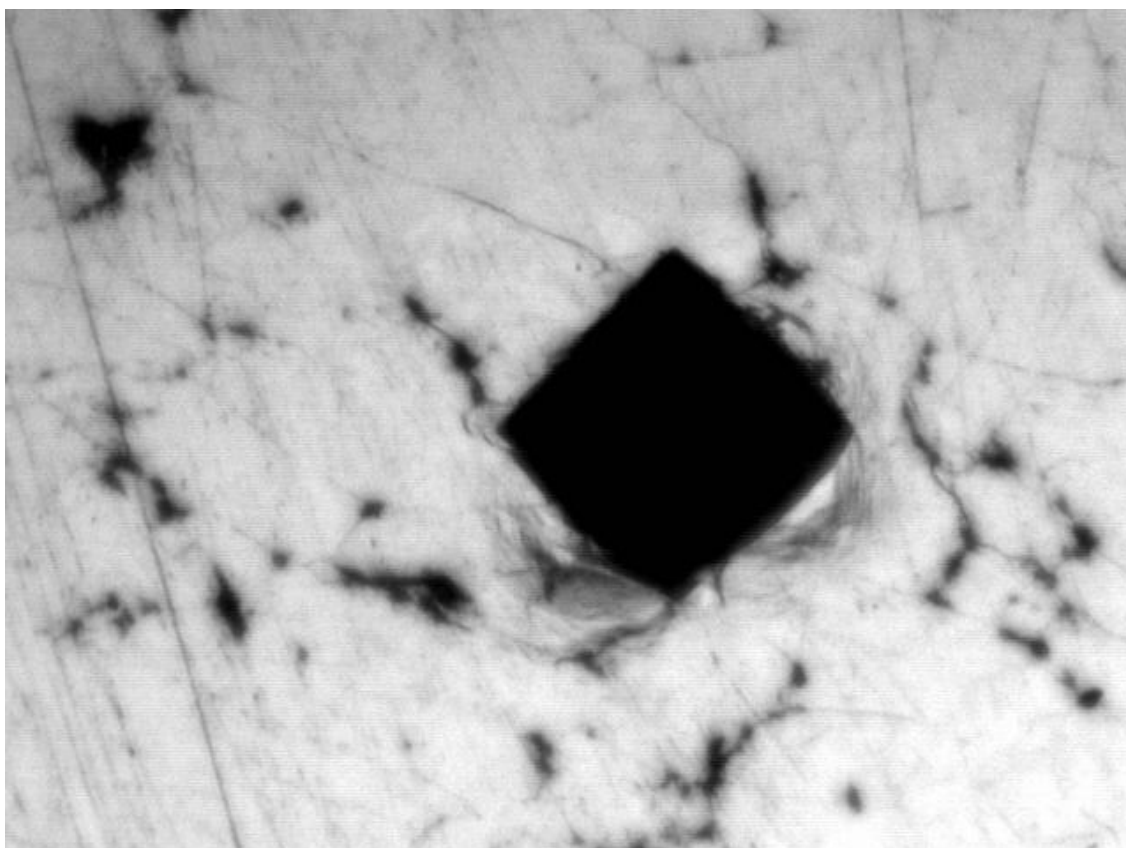


Slika 4.22. Uzorak konsolidiran BP-ECAP postupkom pod svjetlosnim mikroskopom s povećanjem od 200 puta u uzdužnom presjeku



Slika 4.23. Uzdužni presjek uzorka uz povećanje od 157 puta slikan skenirajućim elektronskim mikroskopom

Na Slikama 4.21., 4.22. i 4.23. je vidljiva usmjerenost strukture u uzdužnom presjeku dok je u poprečnom presjeku nema. Također se vidi i prisutnost pora u uzorku što je potvrđeno mjerenjem gustoće koja je manja od teorijske. Softverskim paketom ImageJ je utvrđeno da je prosječna duljina zrna $175\text{ }\mu\text{m}$, a širina $54\text{ }\mu\text{m}$ što daje omjer duljine i širine od 3,2:1. Prosječna veličina zrna u poprečnom presjeku je $79\text{ }\mu\text{m}$. Na slici 4.24.se vidi otisak indentora tvrdomjera za određivanje mikrotvrdoće.



Slika 4.24. Geometrija otiska nakon indentacije

Provedena su po dva mjerenja tvrdoće u uzdužnom i poprečnom presjeku. U uzdužnom smjeru je izmjerena tvrdoća od 46 HV_{0,2} u oba mjerenja dok su u poprečnom presjeku izmjerene tvrdoće od 50HV_{0,2}. i 54 HV_{0,2}. Srednja tvrdoća ECAP-iranih uzoraka iznosi 49 HV_{0,2}

5. ZAKLJUČAK

Prah koji je prethodno hladno izostatski prešan je bilo moguće konsolidirati. Konsolidacija se provodila BP-ECAP postupkom u alatu sa kvadratnim presjekom 12 mm x 12 mm na 100°C. Brzina klipa glavne preše je bila 8 mm/min, a preša za povratni pritisak je pružala otpor od 87 MPa. Nakon kompaktiranja, konzistencija uzorka je bila slična kredi i uniformna, dok je konsolidirani uzorak u uzdužnom smjeru bio čvršći, u poprečnom smjeru se lako lomio. Uzorku se nakon BP-ECAP konsolidacije u odnosu na kompaktirani uzorak povećala tvrdoća s 37 HV0,2 na 46 HV0,2 u uzdužnom presjeku, odnosno 52 HV0,2 u poprečnom presjeku, a gustoća se povećala s 2,394 g/cm³ na 2,517 g/cm³. Postignuto je 93,2 % teorijske gustoće.

Analizom mikrostrukture je potvrđeno postojanje pora u uzorku, ali se uzorku povećala gustoća, tj. smanjen je broj pora u odnosu na kompaktirani uzorak. Struktura je usmjerena u uzdužnom presjeku (uz omjer duljine i širine zrna od 3,2:1) dok je u poprečnom neusmjerena. Veličina zrna u poprečnom smjeru je 79µm. Izostankom odaziva kisika prilikom EDS analize je utvrđeno da nije došlo do intenzivne oksidacije niti praha, niti kompaktiranog uzorka.

Tvrđi umetak koji se stavlja ispred klipa povratne preše je radi loših tolerancija na sobnoj temperaturi bilo potrebno uprešati u prazan zatvoren kalup tlakom od 70 MPa. Pri tome je pružao velik otpor uzorcima, te je sam po sebi djelovao kao povratni pritisak. Budući da je na njega narinut dodatni kontrolirani povratni pritisak od 87 MPa vjerojatno su ta dva pritiska (pritisak izazvan trenjem između umetka i kalupa i pritisak povratne preše) stvorila preveliki povratni pritisak što je dovelo do loma i deformacije pojedinih dijelova kalupa.

U budućnosti bi trebalo pripaziti na tolerancije kalupa. Iako je pri konsolidaciji aluminija neplanirano došlo do preopterećenja kalupa za ECAP, pri konsolidaciji drugih materijala (npr. titana) su te sile nedovoljne, te bi stoga bilo dobro izraditi znatno čvršći kalup kako bi se u budućnosti mogla provoditi i ponavljati kvalitetna testiranja.

LITERATURA

- [1] Mateja Šnajdar Musa: *RAZVOJ TITAN-MAGNEZIJ KOMPOZITA ZA BIOMEDICINSKU PRIMJENU*, Doktorski rad, Zagreb, 2015.
- [2] *Prezentacije iz kolegija „Napredne tehnologije“*, prof.dr.sc. Božidar Matijević: 2016.
- [3] *Advantages and Disadvantages of Powder Metallurgy*,
<http://www.edurite.com/kbase/advantages-and-disadvantages-of-powder-metallurgy> ;
2.11.2016.
- [4] R.M. German: *Powder Injection Moulding*, Metals Powder Industries Federation, New Jersey, 1990
- [5] A.C. Gonçalves: *Metallic powder injection molding using low pressure*, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 118, 193–198, 2001
- [6] L.P. Martin, D. Nagle, M. Rosen: *Effect of particle size distribution upon specific surface area and ultrasonic velocity in sintered ceramic powders*, Materials Science and Engineering: A Vol. 246, 151–160, 1998
- [7] V. Marinov: *Manufacturing processes for metal products - Powder metallurgy*, Kendall Hunt Publishing, 2010
- [8] A.K. King: *Ceramic Technology and Processing*, William Andrew Publishing, Inc., New Delhi, 2002
- [66] B.K. Datta: *Powder metallurgy: an advanced technique of processing engineering materials*, PHI Learning, 2012
- [9] B.K. Datta: *Powder metallurgy: an advanced technique of processing engineering materials*, PHI Learning, 2012
- [10] <http://www.slideshare.net/shunty12/5-powder-metallurgy>; 25.11.2016.
- [11] D. Dinger: *Characterization techniques for ceramists*, Morris Publishing, SAD, 2005
- [12] R.H. Todd, A.K. Dell, L. Alting: *Manufacturing Processes Reference Guide*, 1st Edition, Industrial Press Inc., New York, 1994
- [72] H. Shen, Z. Li, B. Günther, A.V. Korznikov, R.Z. Valiev: *Influence of powder consolidation methods on the structural and thermal properties of a nanophase Cu-50wt%Ag alloy*, Nanostructured Materials, Vol. 6, 385-388, 1995
- [13] H. Shen, Z. Li, B. Günther, A.V. Korznikov, R.Z. Valiev: *Influence of powder consolidation methods on the structural and thermal properties of a nanophase Cu-50wt%Ag alloy*, Nanostructured Materials, Vol. 6, 385-388, 1995

- [14] P.J. James: *Particle deformation during cold isostatic pressing of metal powders*, Powder Metallurgy, Vol. 20, 199-204, 1976
- [74] G.S. Upadhyaya: *Powder Metallurgy Technology*, Cambridge International Science Publishing, 1998
- [15] G.S. Upadhyaya: *Powder Metallurgy Technology*, Cambridge International Science Publishing, 1998
- [16] S.H. Hong, K.H. Chung: *Effects of vacuum hot pressing parameters on the tensile properties and microstructures of SiC-2124 Al composites*, Materials Science and Engineering: A, Vol. 194, 165–170, 1995
- [17] W.C. Harrigan Jr: *Commercial processing of metal matrix composites*, Materials Science and Engineering: A, Vol. 244, 75-79, 1998
- [18] S.R. Martins, W.Z. Misiolek: *Consolidation of particulate materials in extrusion*, Rev. Particulate Mater., Vol. 4, 43–70, 1996
- [19] M. Galanty, P. Kazanowski, P. Kansuwan, W.Z. Misiolek: *Consolidation of metal powders during the extrusion process*, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 125, 491-496, 2002
- [20] T.V. Christy, N. Murugan, S. Kumar: *Comparative study on the microstructures and mechanical properties of Al 6061 alloy and the MMC Al 6061/TiB₂/12P*, Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering, Vol. 9, 57-65, 2010
- [21] J. Blaha: *New manufacturing process for Wankel engine based components*, Proceedings EuroPM 2012, Basel, 2012.
- [22] Dr. Marko Vilotić: *Intenzivna plastična deformacija*, Univerzitet u novom Sadu - fakultet tehničkih nauka, 2013.
- [23] ECAE, pdf.
- [24] Mateja Šnajdar Musa, Zdravko Schauperl: *ECAP – New consolidation method for production of aluminium matrix composites with ceramic reinforcement*, 2013.
- [25] Danijel Pustički: *Utjecaj ECAP potupka na mikrostrukturu Al legura*, 2016.
- [26] Kazeem O. Sanusi, Oluwole D. Makinde, Graeme J. Oliver: *Equal channel angular pressing technique for the formation of ultra-fine grained structures*, 2012.
- [27] ZHANG Jing(张静)¹, ZHANG Ke-shi(张克实)¹, WU Hwai-Chung², YU Mei-hua(于梅花)¹: *Experimental and numerical investigation on pure aluminum by ECAP*, 2009.
- [28] F. Al-Mufadi, F. Djavanroodi: *Finite Element Modeling and Mechanical Properties of Aluminum Produced by Equal Channel Angular*

Pressing Process, 2014.

[29] W.J. BottaFilho a,*, J.B. Fogagnolo a, C.A.D. Rodrigues a, C.S. Kiminami a, C. Bolfarini a, A.R. Yavari b: *Consolidation of partially amorphous aluminium-alloy powders by severe plastic deformation*, 2004.

[30] S.Y. Chang, K.S. Lee, S.H. Choi, D.H. Shin, J.: *354 Alloy. Comp.*, 2003.

[31] R. Derakhshandeh. H, A. Jenabali Jahromi: *An investigation on the capability of equal channel angular pressing for consolidation of aluminum and aluminum composite powder*, 2011.

[32] K. Xia, X. Wu: *Back pressure equal channel angular consolidation of pure Al particles*, 2005.

[33] M.H. Paydar, M. Reihanian, E. Bagherpour, M. Sharifzadeh, M. Zarinejad, T.A. Dean: *Consolidation of Al particles through forward extrusion-equal channel angular pressing (FE-ECAP)*, 2008.

PRILOZI

I. Skica i upute za korištenje alata za hladno izostatsko prešanje

II. CD-R disc

